

**Titre:** Étude expérimentale du mélange solide-liquide : caractérisation des suspensions concentrées en milieu visqueux  
**Title:**

**Auteur:** Manon Lassaigue  
**Author:**

**Date:** 2015

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Lassaigue, M. (2015). Étude expérimentale du mélange solide-liquide : caractérisation des suspensions concentrées en milieu visqueux [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.  
**Citation:** <https://publications.polymtl.ca/1803/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/1803/>  
**PolyPublie URL:**

**Directeurs de recherche:** François Bertrand, & Louis Fradette  
**Advisors:**

**Programme:** Génie chimique  
**Program:**

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU MÉLANGE SOLIDE-LIQUIDE :  
CARACTÉRISATION DES SUSPENSIONS CONCENTRÉES EN MILIEU VISQUEUX

MANON LASSAIGNE  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(GÉNIE CHIMIQUE)  
AOÛT 2015

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DU MÉLANGE SOLIDE-LIQUIDE :  
CARACTÉRISATION DES SUSPENSIONS CONCENTRÉES EN MILIEU VISQUEUX

présenté par : LASSAIGNE Manon

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès Sciences Appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. TAVARES Jason-Robert, Ph. D., président

M. BERTRAND François, Ph. D., membre et directeur de recherche

M. FRADETTE Louis, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. DUBOIS Charles, Ph. D., membre

## REMERCIEMENTS

Je souhaite remercier tout particulièrement mes deux directeurs de recherche les Professeurs François Bertrand et Louis Fradette pour l'opportunité qu'ils m'ont donnée et la confiance qu'ils m'ont accordée dans la réalisation de cette maîtrise, pour leur soutien permanent et leur dynamisme à chacune de nos rencontres.

Mes sincères remerciements à toute l'équipe technique du département de génie chimique qui m'a accompagnée pendant le projet et les différentes charges de laboratoire. Merci à Daniel Pilon, Martine Lamarche, Gino Robin, Jean Huard et Robert Delisle.

Je remercie chaleureusement Bruno Blais pour son aide précieuse, sa patience, et son indéfectible bonne humeur, qui ont fait de mon passage au sein du groupe une expérience formidable.

J'adresse mes plus affectueuses pensées à Inci Ayranci pour son implication et son aide dans ce projet.

J'adresse une pensée particulière à Maxime Florant pour son soutien dans les moments les plus laborieux, pour son écoute et sa gentillesse sans pareils.

Un grand merci à tous les membres de l'URPEI que j'ai pu côtoyer de près ou de loin: David, Hamed, Christine, Warren, Guillaume, Bing, Xiao, Jean-Michel, Emir, Mohamed et Julie.

Merci également à Gilles Lenfant pour son aide dans différentes parties du projet.



## RÉSUMÉ

Ce mémoire présente une étude expérimentale du mélange solide-liquide en milieu visqueux et pour des concentrations élevées en solides, un système de mélange encore peu connu et responsable de fortes pertes industrielles. Le mélangeur est une cuve mécaniquement agitée par une turbine à pales inclinées, un agitateur fréquemment utilisé par les industries chimiques. Dans un objectif de compréhension hydrodynamique et phénoménologique, trois paramètres ont été caractérisés: la vitesse minimale de suspension complète ( $N_{js}$ ), la vitesse d'homogénéisation ( $N_H$ ) et le temps d'homogénéisation ( $t_H$ ). La technique de pression de jauge (PGT) et la tomographie par résistance électrique (ERT) ont été implémentées pour la détermination respective de  $N_{js}$  et  $N_H$  et  $t_H$ . L'étude est complétée par la mesure du couple et de la hauteur de suspension, ainsi que par l'utilisation d'un modèle numérique développé dans le groupe.

Tout d'abord, la méthode de pression de jauge a été adaptée avec succès aux régimes laminaire et transitoire, et montre une répétabilité et une stabilité adéquates. Un plan d'expérience optimal a permis d'évaluer l'effet de cinq facteurs majeurs sur l'hydrodynamique du mélange: le diamètre des particules ( $d_p$ ), la fraction massique de solides ( $X_w$ ), la viscosité du fluide ( $\mu$ ), le diamètre de l'agitateur ( $D$ ) et le dégagement au fond ( $C$ ). En régime transitoire, comme en régime turbulent,  $N_{js}$  et  $N_H$  diminuent pour de larges agitateurs. Les effets de  $d_p$  et de  $\mu$  montrent un comportement opposé à celui observé en turbulent puisque  $N_{js}$  diminue lorsque  $d_p$  et  $\mu$  augmentent. De plus,  $X_w$  présente un impact complexe, dépendant en partie de la taille des particules. Ces observations ont été associées à un phénomène d'érosion de lit dont le mécanisme diffère largement de la suspension en régime turbulent. Ces particularités expliquent les déviations observées avec les valeurs prédites par la corrélation de Zwietering (Zwietering, 1958). Tout comme pour  $D/T$ , les effets de  $X_w$ ,  $d_p$  et  $C/T$  sur  $N_H$  sont équivalents à ceux rapportés en régime turbulent, puisque  $N_H$  augmente lorsque  $X_w$  et  $d_p$  augmentent, et lorsque  $C/T$  diminue. L'étude de  $t_H$  démontre que l'obtention d'une suspension homogène à partir de particules sédimentées est majoritairement contrôlée par leur mise en suspension. La coopération entre caractérisation expérimentale et étude numérique a permis d'une part d'attester de la validité phénoménologique du modèle, et d'autre part d'apporter de nouveaux éléments à la compréhension hydrodynamique du système étudié.

**Mots-clefs:** mélange solide-liquide – fluide visqueux – suspensions concentrées – cuve mécaniquement agitée – vitesse minimale de suspension

## ABSTRACT

To address a considerable lack of knowledge in solid-liquid mixing, the suspension of large concentrations of spherical particles in a viscous fluid is investigated through the experimental characterization of fundamental mixing parameters: the just-suspension speed ( $N_{js}$ ), the homogenization speed ( $N_H$ ) and the homogenization time ( $t_H$ ). Known for its great efficiency for suspending particles in turbulent regime, and commonly used in the chemical industry, the pitched blade turbine is investigated.  $N_{js}$  is characterized by the pressure gauge technique (PGT),  $N_H$  and  $t_H$  are measured using a robust and simple technique of electrical resistance tomography (ERT). The description of the system is further characterized by means of power consumption and cloud height measurements, and by comparing the experimental data to numerical results.

First, the PGT method was successfully adapted to laminar and transitional regimes of operation, with good reproducibility and stability. To explore the effect of particle diameter ( $d_p$ ), solid mass concentration ( $X_w$ ), viscosity ( $\mu$ ), impeller diameter ( $D$ ) and bottom-off clearance ( $C$ ), an optimal design of experiment was carried out, from which the effects of every factor was determined. In early transitional regime with non-dilute concentration of solid particles, an increase in  $D$  causes  $N_{js}$  and  $N_H$  to considerably decrease, as also reported in turbulent regime. Unlike the prediction of the well-known Zwietering correlation (Zwietering, 1958), it is found that increasing  $d_p$  or  $\mu$  leads to a decrease of  $N_{js}$ . In addition, the effect of solid concentration is more complex than what is predicted by the Zwietering correlation, showing a dependency on  $d_p$ . The large discrepancies observed between our experimental values and Zwietering correlation values of  $N_{js}$  are related to the differences in hydrodynamics and suspension mechanisms regarding the operating regime. The effects of  $d_p$  and  $\mu$  for solid suspensions in a viscous liquid appear to correspond to the erosion of a bed of particles. The impact of  $X_w$ ,  $d_p$  and  $C/T$  on  $N_H$  are similar to those reported on turbulent regime. The study on the homogenization time  $t_H$  shows that the erosion of the particle bed is the dominating phenomenon to consider in order to achieve a fully suspended state and an uniform distribution of the particles. Finally, the numerical model developed in our group is validated by comparison with experimental data, and is used to fully understand the mixing system investigated.

**Keywords:** solid-liquid mixing - viscous fluid - high solid loading – stirred tank – just suspended speed

## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS .....	III
RÉSUMÉ.....	IV
ABSTRACT .....	V
TABLE DES MATIÈRES .....	VI
LISTE DES TABLEAUX.....	IX
LISTE DES FIGURES.....	X
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	XIV
CHAPITRE 1 INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE.....	4
2.1 Hydrodynamique du mélange .....	4
2.1.1 Les régimes d'opération .....	4
2.1.2 Impact de la géométrie du mélangeur .....	6
2.1.3 Rhéologie .....	11
2.2 Les suspensions solide-liquide .....	17
2.2.1 Définition .....	17
2.2.2 Sédimentation.....	18
2.2.3 Vitesse minimale de suspension complète : $N_{js}$ .....	20
2.2.4 Homogénéisation.....	23
2.2.5 Les suspensions en régime turbulent : influence des paramètres.....	24
2.2.6 Les suspensions concentrées en milieu visqueux.....	26
2.3 Caractérisation des systèmes de mélange.....	28
2.3.1 Puissance de l'agitateur .....	28
2.3.2 Temps de mélange.....	29

2.3.3	Vitesse minimale de suspension complète : $N_{js}$ .....	31
2.3.4	Homogénéisation.....	37
2.4	Résumé et objectifs .....	41
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE .....		43
3.1	Systèmes de mélange .....	43
3.1.1	Fluides et solides utilisés.....	43
3.1.2	Géométrie de la cuve.....	43
3.2	Stratégie expérimentale : plan d'expérience optimal .....	45
3.3	Mesure de la vitesse minimale de suspension complète .....	46
3.4	Mesure de la vitesse et du temps d'homogénéisation .....	49
3.4.1	Description du système ERT.....	49
3.4.2	Détermination de $N_H$ et $t_H$ .....	49
3.5	Mesure de puissance.....	51
CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....		53
4.1	Présentation de l'article.....	53
4.2	Article 1: Experimental investigation of the mixing of viscous liquids and non-dilute concentrations of particles in a stirred tank.....	54
4.2.1	Abstract .....	54
4.2.2	Introduction .....	55
4.2.3	Material and Method .....	61
4.2.4	Results and discussion.....	69
4.2.5	Conclusion.....	83
4.2.6	Aknowledgments.....	84
4.2.7	References .....	84
4.3	Résultats complémentaires.....	89

4.3.1	Courbe de puissance.....	89
4.3.2	Observations supplémentaires.....	90
4.3.3	Comparaison des temps d'érosion et d'homogénéisation.....	91
4.3.4	Coopération entre étude expérimentale et étude numérique .....	93
CHAPITRE 5	DISCUSSION GÉNÉRALE.....	98
CHAPITRE 6	CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS.....	101
CHAPITRE 7	BIBLIOGRAPHIE.....	104

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1: Valeur du coefficient de trainée pour les différents régimes particuliers.....	19
Tableau 2.2: Corrélations pour la prédiction de $N_{js}$ .....	22
Tableau 2.3: Évolution du nombre de puissance en fonction du régime d'écoulement .....	28
Tableau 2.4: Méthodes expérimentales de caractérisation de $N_{js}$ .....	34
Tableau 3.1: Liste des facteurs étudiés et des modalités testées .....	45
Tableau 3.2: Liste des expériences du plan I-optimal .....	46
Table 4.1: Effect of mixer geometry and mixture properties on suspension .....	59
Table 4.2: Experimental set-up dimensions .....	62
Table 4.3: I-optimal DoE modalities.....	69
Table 4.4: I-optimal DoE results .....	73
Table 4.5: DoE prediction models.....	74
Table 4.6: Values of S chosen for the Zwietering correlation as a function of D/T and C/T .....	75
Table 4.7: Comparison of the factor contributions to $N_{js}$ for Zwietering correlation and the model of Table 4.5 .....	75

## LISTE DES FIGURES

Figure 1.1: Schéma de mélangeur du début du 20ème siècle (Grossmann, 1906) .....	1
Figure 2.1: Illustration du mélange en régime laminaire .....	6
Figure 2.2 : Structures chaotiques formées après (a) 30s, (b) 2 min et (c) 5 min (Alvarez et al., 2002).....	6
Figure 2.3: Schéma d'une cuve mécaniquement agitée de géométrie standard ( $T=H$ , $D=T/3$ , $C=T/4$ , $W_b=T/10$ , $W_i= D/5$ ) .....	7
Figure 2.4: Schéma des profils d'écoulement : (a) radial, et (b) axial .....	8
Figure 2.5 : Exemple de mobiles (a) dispersif axial : hélice marine, (b) dispersif mixte-axial : turbine à pales inclinées, (c) dispersif radial : turbine Rushton (RT), (d) raclant : ruban hélicoïdal .....	9
Figure 2.6: Effet du diamètre de l'agitateur sur une turbine radiale .....	9
Figure 2.7: Effet du dégagement au fond .....	10
Figure 2.8: Profil engendré par un agitateur axial en présence de contre-pales.....	11
Figure 2.9: Fluide en mouvement entre deux plaques .....	12
Figure 2.10: Rhéogramme des différents comportements rhéologiques.....	13
Figure 2.11: Comportement rhéologique des suspensions pour des concentrations en solides de (a) faible à (e) maximale (Mueller et al., 2009) .....	14
Figure 2.12: Formation de zones toroïdales isolées et non mélangées en régime laminaire (a) RT et (b) PBT (Lamberto et al., 1999) .....	16
Figure 2.13: Formation de caverne lors de l'agitation de fluides non-newtoniens rhéofluidifiants (Wichterle & Wein, 1981).....	16
Figure 2.14 : Profil d'écoulement des agitateurs de proximités (Chhabra & Richardson, 2008)...	17
Figure 2.15 : Illustration des différents degrés de suspension : (a) partielle, (b) complète, et (c) uniforme .....	18
Figure 2.16: Illustration de la suspension en régime turbulent (a) et en régime laminaire (b) .....	23

Figure 2.17: Représentation de la dispersion et de la distribution (Manas-Zloczower, 1996) .....	24
Figure 2.18: Courbes de puissance pour différents agitateurs (Herrajani & Tatterson, 2004) .....	29
Figure 2.19: Temps de mélange : évolution de la concentration d'un traceur en fonction du temps .....	30
Figure 2.20: Nombre de puissance en fonction de la vitesse d'agitation (Rewatkar et al., 1991) ..	32
Figure 2.21: Augmentation de la pression (a) et fraction de solides suspendus (b) en fonction de la vitesse d'agitation .....	36
Figure 2.22: Schéma de la localisation des capteurs dans le fond de la cuve (Aziz et al., 1999) ..	37
Figure 2.23: Illustration de la hauteur de suspension ou Cloud Height .....	38
Figure 2.24: Description schématique du système ERT .....	40
Figure 2.25: Tomogramme 2D produit par le système ERT (Giguère et al., 2008) .....	41
Figure 3.1: Schéma simplifié du montage en coupe transversale .....	44
Figure 3.2: Schéma complet du système de mélange.....	44
Figure 3.3: Schéma de l'installation du capteur de pression au fond de la cuve .....	47
Figure 3.4: Augmentation de la pression en fonction de la vitesse d'agitation .....	48
Figure 3.5: Fraction massique de solides suspendus en fonction de la vitesse d'agitation .....	49
Figure 3.6: Valeur de résistivité normalisée sur les plans 1 à 4 en fonction de la vitesse d'agitation.....	50
Figure 3.7: Indice d'homogénéité calculé en fonction de la vitesse d'agitation.....	51
Figure 3.8: Valeur de résistivité sur les plans 1 à 4 en fonction du temps.....	52
Figure 3.9 : Indice d'homogénéité calculé en fonction du temps .....	52
Figure 4.1: States of suspension: on-bottom suspension (a), off-bottom suspension (b), and uniform suspension (c). .....	57
Figure 4.2: Cross section of the tank used for experimental investigation .....	61



Figure 4.3: Bottom pressure increase and corrected bottom pressure, as a function of agitation speed.....	63
Figure 4.4: Fraction of suspended solids, as a function of agitation speed.....	64
Figure 4.5: Complete experimental set-up .....	65
Figure 4.6: Determination of $N_H$ : normalized resistivity as a function of impeller speed on every plane .....	67
Figure 4.7: Determination of $N_H$ : level of homogeneity attained as a function of impeller speed .....	67
Figure 4.8: Determination of $t_H$ using value of normalized resistivity as a function of time on every plane. ....	68
Figure 4.9: Reproducibility tests for the pressure measurements with PGT.....	70
Figure 4.10: Reproducibility tests for the level of homogeneity measurements with ERT .....	70
Figure 4.11: Global behavior of the mixing system.....	72
Figure 4.12: Comparison of the $N_{js}$ values predicted by the Zwietering correlation and the model of Table 4.5 to the experimental data (a) effect of $D/T$ ; (b) effect of $d$ .....	74
Figure 4.13: Forces in action for particles in viscous fluid.....	76
Figure 4.14: Schematic representations of the dynamics of the erosion of the bed of particles ....	78
Figure 4.15: Picture of the cone of particles observed underneath the impeller .....	78
Figure 4.16: Comparison of the $N_H$ values predicted by the model of Table 4.5 to the experimental data: (a) effect of $D/T$ , (b) effect of $X_w$ , (c) effect of $C/T$ , and (d) effect of $d_p$ .....	80
Figure 4.17: Comparison of the dimensionless homogenization time predicted by the model of Table 4.5 to experimental data: (a) effect of $D/T$ , and (b) effect of $d_p$ .....	82
Figure 4.18: Comparison between the PGT-based erosion time and the ERT-based homogenization time .....	82
Figure 4.19 : Courbe de puissance pour la PBT de diamètre $D=T/3$ , à une hauteur de $C=T/4$ , en présence de contre-pales.....	89

Figure 4.20: Évolution du couple (a) et augmentation de pression (b) en fonction de la vitesse d'agitation.....	90
Figure 4.21: Temps d'homogénéisation et temps d'érosion pour chacune des expériences.....	92
Figure 4.22: Localisation des pressions moyennées pour le modèle numérique .....	94
Figure 4.23 : Comparaison des données expérimentales et numériques pour (a) l'augmentation de la pression et (b) la fraction de solides suspendus, en fonction de la vitesse d'agitation .....	95
Figure 4.24: Comparaison visuelle des profils d'écoulement à 200rpm : (a) formation du « cône », et (b) apparition du « parapluie » de particules (Blais et al., 2015a) .....	96
Figure 4.25: Comparaison des temps de mélange pour des (a) particules sédimentées ou (b) particules suspendues à 20cm .....	97

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

### Abréviations Signification

ERT	Electrical Resistance Tomography – Tomographie par Résistance Électrique
PBT	Pitched Blade Turbine – Turbine à Pales Inclinaées
PGT	Pressure Gauge Technique – Technique de Pression de Jauge
RT	Rushton Turbine – Turbine Rushton
URPEI	Unité de Recherche en Procédés d'Écoulements Industriels

### Symboles Signification

C	Dégagement au fond (m)
$C_D$	Coefficient de trainée
CH	Hauteur de suspension ou <i>Cloud Height</i> (m)
D	Diamètre de l'agitateur (m)
$d_p$	Diamètre moyen des particules (m)
e	Épaisseur des pales (m)
g	Constante gravitationnelle ( $m \cdot s^{-2}$ )
H	Hauteur du liquide (m)
M	Indice de mélange de Zlokarnik
N	Vitesse de l'agitateur ( $s^{-1}$ )
$N_H$	Vitesse d'homogénéisation ( $s^{-1}$ )
$N_{js}$	Vitesse minimale de suspension ( $s^{-1}$ )
P	Pression (Pa)
R	Constante universelle des gaz parfaits ( $8,3144621 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )
r	Résistivité ( $\Omega \cdot m$ )
S	Constante de Zwietering
T	Diamètre de la cuve (m)
$T_m$	Couple (N.m)
$T_p$	Température (K)
$V_t$	Vitesse de sédimentation ( $s^{-1}$ )
$V_{st}$	Vitesse de sédimentation restreinte ( $s^{-1}$ )
$W_i$	Largeur des pales (m)

$X_w$	Fraction massique de solide (wt%)
$X_v$	Fraction volumique de solide (vol%)
$X_s$	Fraction massique de solides suspendus

### Symboles Grecs

$\mu, \eta$	Viscosité dynamique (Pa.s)
$\nu$	Viscosité cinématique ( $m^2.s^{-1}$ )
$\rho$	Masse volumique ( $kg/m^3$ )
$\tau$	Contrainte de cisaillement (Pa)
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ )
$\theta_m$	Temps de mélange adimensionnel
$\phi$	Fraction volumique
$\phi_0$	Fraction volumique maximale

### Nombres adimensionnels

$N_p$	Nombre de puissance
$Re$	Nombre de Reynolds
$Re_p$	Nombre de Reynolds particulaire
$St$	Nombre de Stokes
$\theta$	Nombre de Shield

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION

En chimie industrielle, l'opération de mélange est impliquée dans une grande majorité des procédés tels que la polymérisation, la cristallisation, le transfert thermique, l'extraction liquide-liquide ou encore les réactions catalytiques hétérogènes. Le mélange a pour objectif de réduire l'inhomogénéité et ainsi d'augmenter le contact entre plusieurs phases en présence afin d'assurer le transfert de matière ou de chaleur. Les différentes industries chimiques mais également les usines de traitement des eaux usées, sont constamment en recherche d'un mélange efficace et peu coûteux. En effet, le mélange est une opération millénaire, décrite et étudiée depuis plus de 100 ans (Figure 1.1), et largement utilisée, mais très peu maîtrisée, ce qui coûte à l'industrie nord-américaine de 1 à 10 milliards de dollars par année (Paul, Atiemo-Obeng, & Kresta, 2004). La conception des installations de mélange est donc devenue une priorité depuis quelques décennies et demeure toujours un défi. Elle repose sur une connaissance approfondie de la théorie du mélange et des mécanismes mis en jeu.

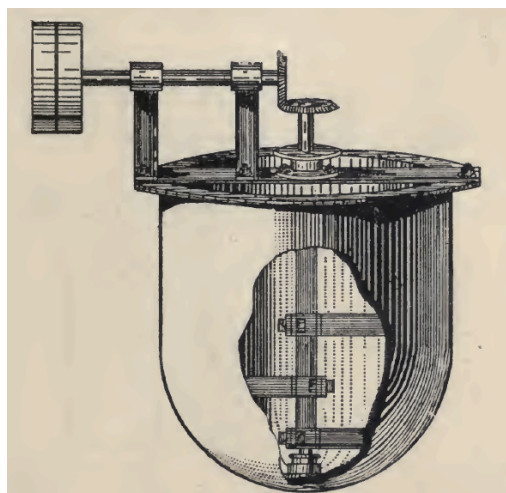


Figure 1.1: Schéma de mélangeur du début du 20ème siècle (Grossmann, 1906)

De façon générale, et dans le cas de liquide non visqueux, le mélange est une combinaison de trois processus: la distribution, la dispersion et la diffusion. La distribution est un processus lent durant lequel les différents composants sont transportés dans l'entièreté de la cuve par le mouvement global du fluide. La dispersion correspond à la rupture progressive de l'écoulement principal en des tourbillons de plus en plus petits. La dimension des plus petits tourbillons formés, appelée échelle de Kolmogorov, va limiter le degré d'homogénéité. Pour des fluides

visqueux la cascade de tourbillons associée à la turbulence n'a pas lieu, on ne parle donc pas d'échelle de Kolmogorov dans ce cas. Le mélange à l'échelle moléculaire est réalisé lors de la diffusion, c'est à dire à la migration d'espèces chimiques dans l'objectif d'atteindre un équilibre des concentrations.

Il existe différentes opérations de mélange, selon la nature des phases à mélanger. Deux phases liquides miscibles seront homogénéisées pour réaliser certaines réactions chimiques, dilutions ou neutralisations de solution. Dans le cas de liquides immiscibles on parle de dispersion ou d'émulsion correspondant à la formation de gouttelettes de l'une des phases dans l'autre. En mélange solide-liquide on distingue les dispersions et les suspensions. Les dispersions sont des mélanges de particules de très petite taille à comportement colloïdal, qui ne sédimentent pas et qui sont extrêmement sensibles aux interactions chimiques. Les suspensions correspondent à des particules plus larges sans interaction colloïdale, qui sédimentent, et qui ne peuvent pas être affectées par des changements chimiques. Enfin, la dispersion de gaz dans un liquide est souvent nécessaire pour la fermentation ou l'hydrogénation.

Le mélange solide-liquide est l'un des procédés les plus importants car il est impliqué dans de nombreuses opérations unitaires telles que la polymérisation, la dispersion de solides, la cristallisation, la dissolution, la catalyse hétérogène ou encore la précipitation (Atiemo-Obeng, Penney, & Armenante, 2004). Il est généralement effectué en cuve mécaniquement agitée. Bien que le mélange monophasique mette déjà en œuvre des mécanismes complexes, la présence de particules implique un plus grand nombre de paramètres à considérer pour comprendre l'hydrodynamique du système.

Depuis les travaux pionniers de Zwietering (Zwietering, 1958), les suspensions de solides ont été largement étudiées en régime turbulent dans l'objectif de comprendre ces systèmes de mélange et d'en améliorer la conception. Cependant, les industries pharmaceutiques, agroalimentaires, cosmétiques, ainsi que de nombreux procédés biotechnologiques, mettent fréquemment en œuvre des fluides très visqueux et des suspensions de particules très concentrées. Le caractère visqueux détermine en grande partie la réponse du fluide aux forces auxquelles il sera soumis et se révèle être un facteur limitant fortement l'efficacité d'un mélangeur (Delaplace & Guérin, 2006). De plus, la présence de grandes quantités de particules dans de tels fluides complexifie la rhéologie,

et le comportement non-newtonien qui peut en résulter affecte également l'hydrodynamique du système.

Ces systèmes étant encore très peu connus, l'optimisation de leur géométrie et des conditions d'opérations est limitée, et les problèmes liés au mélange occasionnent de grandes pertes (Szalai, Alvarez, & Muzzio, 2004). Une rapide revue de la littérature scientifique montre que la grande majorité des recherches sont limitées au régime turbulent ou à des suspensions de solides diluées, pour lesquels les mécanismes responsables du mélange sont très différents. L'efficacité connue des agitateurs classiques de types turbines en milieu turbulent est diminuée, voire complètement inhibée, par l'hydrodynamique des fluides visqueux et la présence de nombreuses particules. Et malgré la conception de nouveaux types d'agitateurs, tels que les rubans ou les ancres, et la prise de conscience que la géométrie des mélangeurs doit être adaptée aux propriétés physicochimiques des matériaux en présence, beaucoup d'industries continuent d'utiliser les systèmes conçus pour un régime d'opération turbulent dans le cas d'un mélange laminaire.

L'URPEI est spécialisée dans l'étude des écoulements complexes depuis une vingtaine d'année. En partenariat avec des entreprises soucieuses de l'amélioration de leurs procédés, l'URPEI développe des modèles numériques et des méthodes expérimentales lui permettant de comprendre l'hydrodynamique de divers systèmes d'écoulement. Ce projet entre dans la démarche initiée par Procter & Gamble dans le but de renforcer les connaissances actuelles sur les systèmes de mélange et d'améliorer leur conception. L'objectif est d'acquérir une compréhension plus fondamentale de l'hydrodynamique du mélange solide-liquide en cuve mécaniquement agitée, pour des fluides visqueux et de larges concentrations en solides. L'implantation de méthodes expérimentales permet d'obtenir des données qui sont interprétées phénoménologiquement.

## CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

La compréhension des mécanismes est une étape essentielle vers le contrôle des procédés industriels. L'hydrodynamique du mélange contrôle l'efficacité de l'opération et sera déterminée par les propriétés physicochimiques des matériaux et l'arrangement géométrique. Il est donc nécessaire de pouvoir caractériser les systèmes et de quantifier les propriétés physiques pour mieux apprécier le comportement hydrodynamique d'un fluide ou d'une suspension. Une première section sera donc consacrée à l'étude de l'hydrodynamique du mélange en développant les concepts de régime d'opération, de rhéologie et en décrivant l'impact de l'arrangement géométrique. Un état de l'art en mélange solide-liquide sera ensuite présenté et abordera les notions de suspension, de sédimentation, de vitesse minimale de suspension, et d'homogénéisation. La caractérisation expérimentale étant à l'origine de la majorité des connaissances en suspension solide, les méthodes classiques ainsi que les techniques particulières utilisées dans le présent travail seront largement décrites dans la dernière partie de cette revue de littérature.

### 2.1 Hydrodynamique du mélange

#### 2.1.1 Les régimes d'opération

Dans la littérature scientifique, les différents écoulements sont classés en trois familles définies selon le nombre de Reynolds, un nombre adimensionnel formulé par Osborne Reynolds en 1883 qui décrit l'importance relative des forces d'inerties sur les forces visqueuses. Pour les systèmes en cuves agitées, l'expression du nombre de Reynolds est la suivante :

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad 2-1$$

où  $\rho$  est la masse volumique du liquide (en  $\text{kg/m}^3$ ),  $N$  la vitesse de rotation (en  $\text{s}^{-1}$ ),  $D$  le diamètre de l'agitateur (en m) et  $\mu$  la viscosité du liquide (en  $\text{Pa.s}$ ).

- Pour des nombres de Reynolds élevés ( $Re > 10^4$ ) le régime est dit turbulent. Les forces inertielles sont dominantes, le mouvement du fluide est aléatoire, et la formation de tourbillons, de vortex, et d'instabilités est inévitable.



- Pour de faibles valeurs de Reynolds ( $Re < 10$ ) le régime est laminaire. Les forces visqueuses dominent ici sur les forces inertielles et le transfert de quantité de mouvement se fait par couches glissant les unes sur les autres, de façon unidirectionnelle.
- Les valeurs intermédiaires correspondent au régime transitoire. Les forces inertielles et visqueuses y jouent toutes deux un rôle important et le comportement est alors peu prévisible.

Pour chaque régime, les mécanismes de mélange sont différents et c'est pourquoi seulement une bonne compréhension phénoménologique peut permettre d'améliorer la conception des procédés.

### **2.1.1.1 Théorie du mélange laminaire**

En régime laminaire, le mouvement du fluide est majoritairement dirigé par les forces linéaires et visqueuses qui, contrairement au cas turbulent, limitent la réorientation spontanée du fluide (Szalai et al., 2004). La diffusion étant largement limitée dans les fluides visqueux, la réduction de l'inhomogénéité du milieu repose donc sur la génération d'une réorientation continue de l'écoulement, appelée mélange chaotique.

En cuve mécaniquement agitée, le passage de la pale de l'agitateur dévie périodiquement le fluide par une combinaison de mécanismes convectifs d'étirement, de repliement, entraînant une augmentation exponentielle de la surface de contact ainsi que de l'élongation des éléments de fluide (Rice, Hall, Papadakis, & Yianneskis, 2006). Ce phénomène d'étirements/replisements successifs, appelé « transformation du boulanger » et illustré dans la Figure 2.1, réduit progressivement les zones ségrégées et assure l'efficacité du mélange laminaire.

Il est important de mentionner que l'écoulement chaotique peut créer des microstructures extrêmement symétriques et robustes générées par une orientation invariante en fonction du temps (Szalai et al., 2004). La formation de structures toroïdales stables dans le temps a également été reportée (Alvarez, Zalc, Shinbrot, Arratia, & Muzzio, 2002). On voit clairement sur la Figure 2.2 la stabilité de la première structure en vert, et la répétabilité de cette structure suite à l'ajout du traceur rouge.

Au contraire, en régime turbulent les éléments de fluide sont dispersés rapidement car la vitesse du fluide varie à la fois dans les trois directions de l'espace, mais aussi dans le temps (Kresta & Brodkey, 2004). La turbulence permet une meilleure dispersion des éléments de fluide et

accélèrent ainsi le processus de diffusion. Les fluctuations du champ de vitesses en fonction du temps impliquent un mélange généralement plus efficace en régime turbulent.

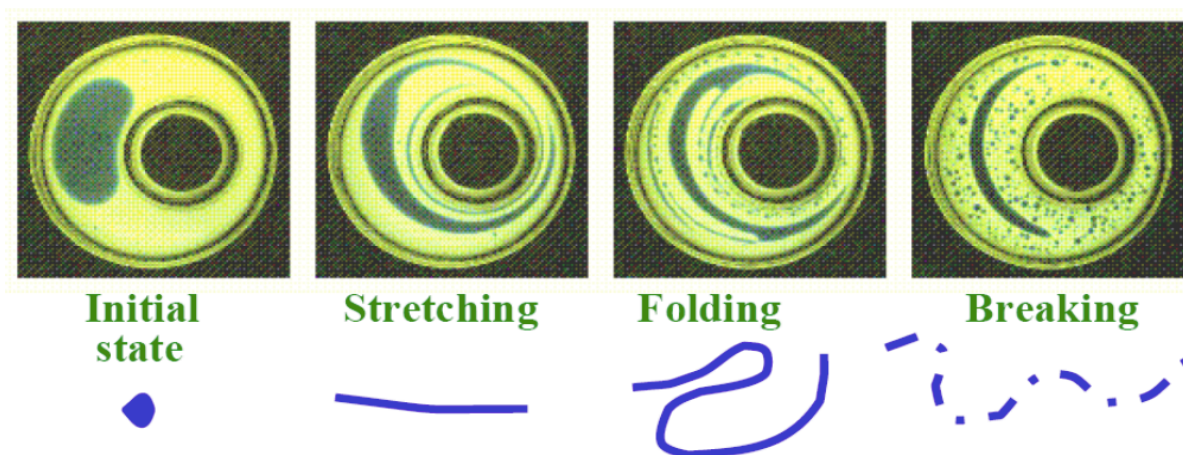


Figure 2.1: Illustration du mélange en régime laminaire<sup>1</sup>

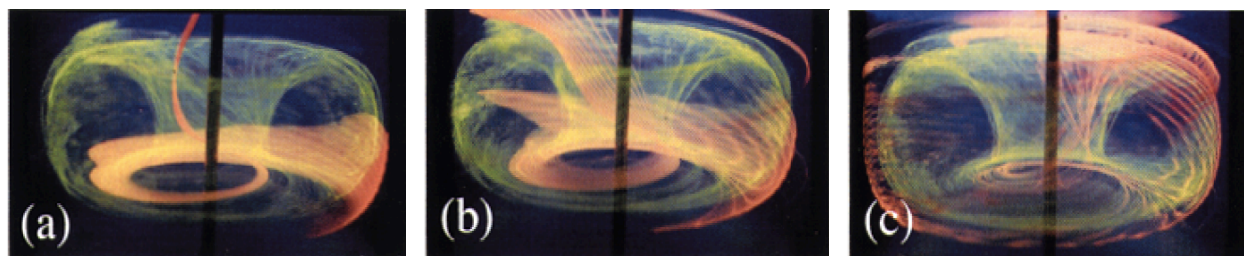


Figure 2.2 : Structures chaotiques formées après (a) 30s, (b) 2 min et (c) 5 min (Alvarez et al., 2002)

### 2.1.2 Impact de la géométrie du mélangeur

Une cuve mécaniquement agitée standard est généralement cylindrique avec une hauteur de fluide  $H$  égale à son diamètre  $T$ . Elle est équipée d'un agitateur de diamètre  $D$  dont les pales ont une largeur  $W_i$ , installé à une distance  $C$  de son fond appelée dégagement au fond. Elle est le plus souvent munie de contre-pales de largeur  $W_b$  en régime turbulent et transitoire (Figure 2.3). La détermination des dimensions géométriques est cruciale dans la conception des mélangeurs industriels car ces dernières influencent grandement la qualité du mélange.

<sup>1</sup> Wang, X., 2014. Investigation on the Mixing Performance in a Superblend Coaxial Mixer., Chemical Engineering. Polytechnique Montreal, p. 152.

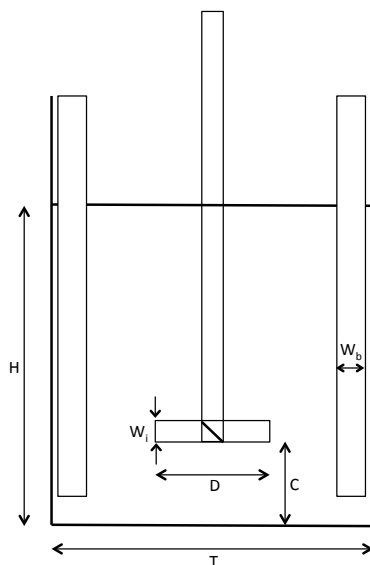


Figure 2.3: Schéma d'une cuve mécaniquement agitée de géométrie standard ( $T=H$ ,  $D=T/3$ ,  $C=T/4$ ,  $W_b=T/10$ ,  $W_i=D/5$ )

### 2.1.2.1 Type d'agitateur

Les agitateurs ont été classés en différentes familles selon le profil d'écoulement qu'ils génèrent et les applications pour lesquelles ils sont utilisés:

- Les agitateurs radiaux dirigent les lignes de courant dans les directions radiale et tangentielle créant un profil en « double boucle de circulation » (Figure 2.4.a).
- Les agitateurs axiaux engendrent un écoulement majoritairement le long de l'axe d'agitation et produisent un profil montrant une boucle simple de circulation (Figure 2.4.b).

Certains agitateurs comme la turbine à pales inclinées sont qualifiés de mixtes car leur écoulement, bien que majoritaire axial, présente également une décharge radiale. Les agitateurs axiaux et radiaux génèrent une forte turbulence, un cisaillement important et entraînent également la formation de vortex, c'est pourquoi ils sont généralement utilisés en présence de contre pales qui viennent briser l'écoulement tangential.

- Enfin, il existe également des agitateurs à large diamètre appelés agitateurs de proximité, ou raclant, dont la large surface de contact permet de mettre en mouvement une grande quantité de fluide lorsque les forces visqueuses sont importantes. Ils génèrent des profils d'écoulement axiaux et tangentiels.

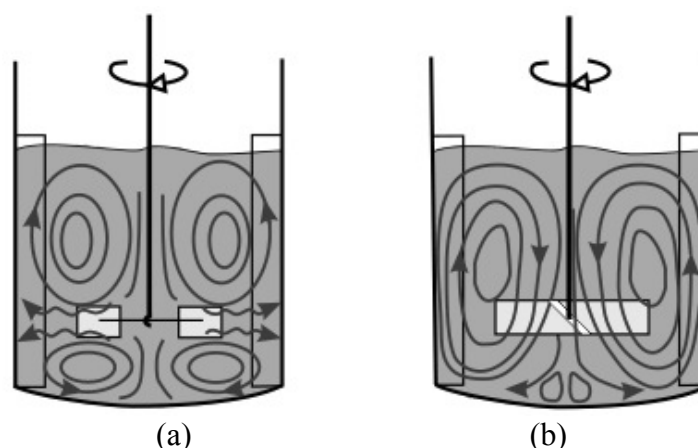


Figure 2.4: Schéma des profils d'écoulement<sup>2</sup> : (a) radial, et (b) axial

La nature de l'application et des matériaux en présence va déterminer le type d'agitateur à utiliser : les turbines dispersives radiales sont les plus adaptées pour les émulsions liquide-liquide non visqueuses et la dispersion gaz-liquide, alors que la suspension solide-liquide est facilitée sous l'action de turbines dispersive à décharge axiale (Figure 2.5a, b et c). En présence de liquides visqueux, difficiles à mélanger par une turbine simple, les rubans hélicoïdaux sont les plus adaptés parmi les agitateurs de proximité (Figure 2.5d).

### 2.1.2.2 Diamètre de l'agitateur

La taille de l'agitateur joue un rôle très important dans la formation des profils et dans la mise en mouvement du fluide. Tout d'abord l'énergie mécanique qu'il fournit au fluide est reliée à la surface de ses pales et donc à son diamètre, ainsi plus un agitateur est grand plus il transmet de l'énergie au fluide.

De plus, la largeur de l'agitateur affecte les profils d'écoulement. Ainsi un agitateur axial à très large diamètre présentera un profil radial (Herrajani & Tatterson, 2004)

<sup>2</sup> <http://www.thermopedia.com/content/549/> consultée le 20/04/2015

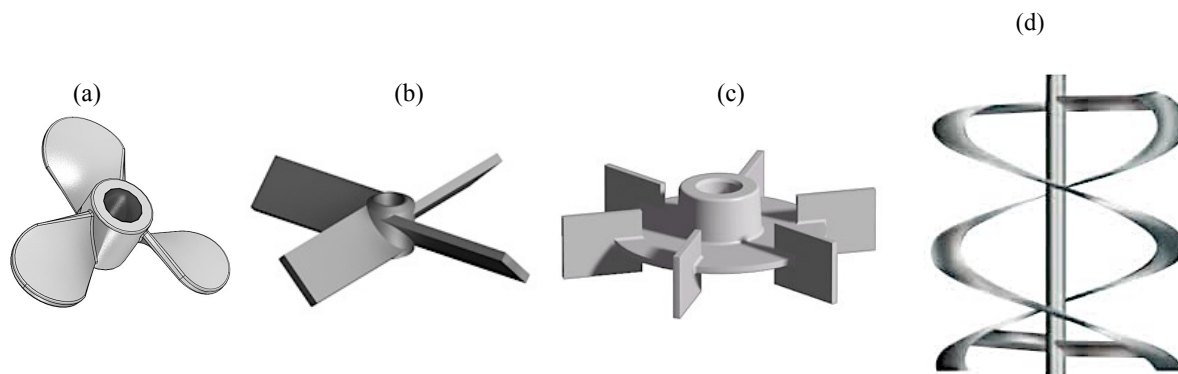


Figure 2.5 : Exemple de mobiles (a) dispersif axial : hélice marine<sup>3</sup>, (b) dispersif mixte-axial : turbine à pales inclinées<sup>4</sup>, (c) dispersif radial : turbine Rushton<sup>5</sup> (RT), (d) raclant : ruban hélicoïdal<sup>6</sup>

Enfin, une turbine dont le diamètre est supérieur à une certaine longueur verra sa consommation de puissance augmenter (Nienow & Miles, 1971), et sa capacité de pompage diminuer. La proximité avec les parois occasionne une pression importante et gêne la décharge de l'agitateur (Figure 2.6). Le diamètre critique est de  $0.4 \cdot T$  pour les agitateurs radiaux et  $0.5 \cdot T$  pour les agitateurs axiaux.

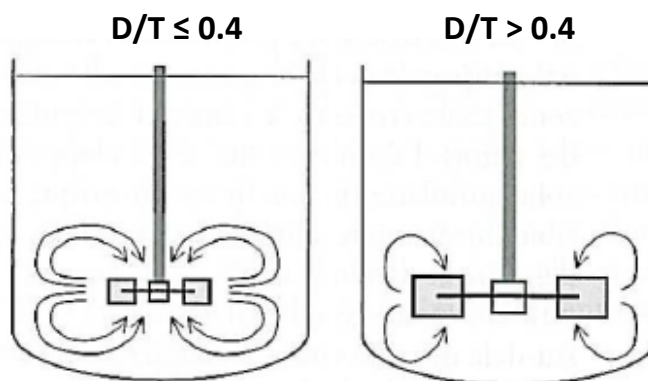


Figure 2.6: Effet du diamètre de l'agitateur sur une turbine radiale

<sup>3</sup> <http://www.mixerdirect.com/3-blade-propeller-lh-sq-3-5-dia-5-8-bore.html> consultée le 20/04/2015

<sup>4</sup> <http://www.wmprocess.com/proddetail.php?prod=Pitch-Blade-Mixing-Impeller> consultée le 20/04/2015

<sup>5</sup> <http://vertassets.blob.core.windows.net/image/rushton.jpg> consultée le 20/04/2015

<sup>6</sup> <http://www.directindustry.com/prod/chemineer/mixer-impellers-helical-ribbon-axial-flow-14821-453350.html> consultée le 20/04/2015

### 2.1.2.3 Dégagement au fond

La position de l'agitateur dans la cuve joue un rôle non négligeable sur la consommation de puissance, la capacité de pompage et l'efficacité de mélange d'un agitateur. Ainsi un agitateur axial tournant trop près du fond de la cuve présente un profil radial, menant à un pompage réduit et à une puissance consommée plus grande (Figure 2.7). Si l'agitateur est positionné trop proche de la surface, il se crée également un profil radial (Bakker, Fasano, & Myers, 1994), et la formation de vortex provoque un entrainement d'air parfois dommageable pour la qualité du mélange.

Dans le cas du mélange solide-liquide, la présence d'une turbine près du fond de la cuve facilite la mise en suspension mais l'homogénéisation est fortement limitée par la faible circulation produite (Herrajani & Tatterson, 2004).

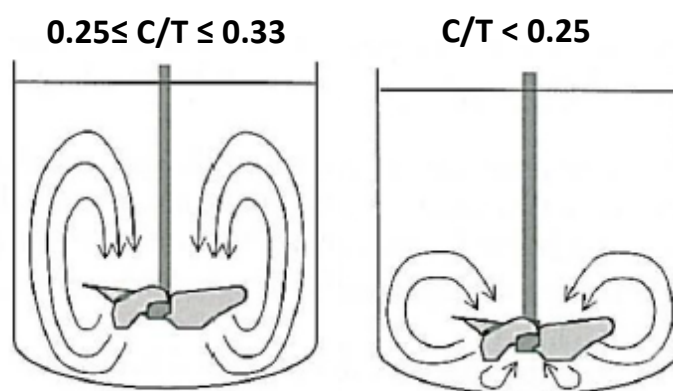


Figure 2.7: Effet du dégagement au fond

Il est important de mentionner que les profils d'écoulement sont également largement affectés par la géométrie du fond de la cuve. Lorsque le fond de la cuve est plat, il se forme des boucles de recirculation dans les coins au niveau de la paroi (Herrajani & Tatterson, 2004). Généralement un fond elliptique est plus adapté à la suspension de solides car aucune zone d'accumulation de particules ne sera formée.

### 2.1.2.4 Présence de contre-pales

En régime turbulent et transitoire, les contre-pales assurent une meilleure circulation axiale et augmentent la capacité de brassage des turbines. Elles empêchent la formation de vortex par lequel l'air est entrainé dans la cuve, et créent des boucles de circulation radiale qui réduisent l'écoulement tangentiel propre aux cuves sans contre-pales (Oldshue, 1961). La Figure 2.8

montre les boucles secondaires créées entre chacune des contre-pales qui augmentent la turbulence au sein de la cuve. En mélange solide-liquide en régime turbulent, la suspension des particules est améliorée par la présence des contre-pales qui stoppent le phénomène de rotation de solides appelé « swirling ». Cependant, leur utilisation en milieu visqueux peut engendrer des zones de stagnation qui rendent le mélange inefficace (Tamburini, Cipollina, Micale, & Brucato, 2009) . Il a également montré que la présence de contre-pales était défavorable à la suspension de boues très concentrées (Wang, Parthasarathy, Bong, Wu, & Slatter, 2012).

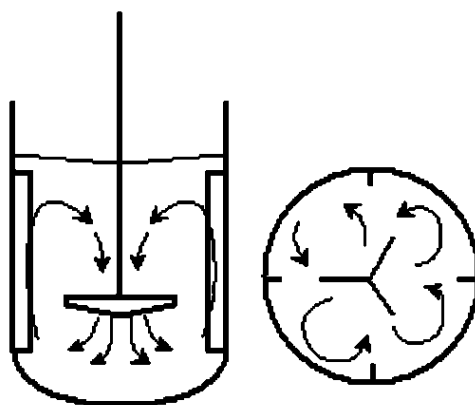


Figure 2.8: Profil engendré par un agitateur axial en présence de contre-pales<sup>7</sup>

### 2.1.3 Rhéologie

La rhéologie est l'étude de l'écoulement de la matière en réponse à une force appliquée. La contrainte peut être de deux sortes : le cisaillement est produit par le mouvement d'une surface solide ou par l'application d'une différence de pression, et l'élongation peut être produite par une contraction dans une conduite ou par l'étirement mécanique.

---

<sup>7</sup> [http://www.azprocede.fr/Cours\\_GC/agitation\\_ecoulements.html](http://www.azprocede.fr/Cours_GC/agitation_ecoulements.html) consultée le 10/05/2015

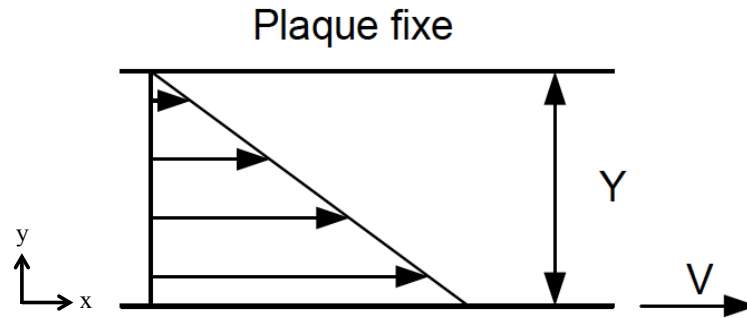


Figure 2.9: Fluide en mouvement entre deux plaques

Dans le cas d'un cisaillement simple engendré par une plaque se déplaçant à la vitesse  $V$  (Figure 2.9), le fluide est déplacé par le glissement de couches les unes sur les autres. La force de frottement appliquée tangentielle entre les couches est appelée contrainte de cisaillement,  $\tau_{xy}$  (Pa), et la résistance du fluide au mouvement est donnée par sa viscosité  $\mu$  (Pa.s)

La mise en mouvement du fluide peut être alors décrite par la loi de comportement de Newton (Coussot & Grossiord, 2001) :

$$\tau_{xy} = -\mu * \frac{dV_x}{dy} = -\mu * \dot{\gamma} \quad 2-2$$

avec  $x$  la direction de l'écoulement,  $y$  la direction du transfert de quantité de mouvement, et  $\dot{\gamma}$  la vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ ).

Divers fluides soumis à un même cisaillement peuvent présenter des comportements très différents selon leurs propriétés physiques et chimiques. Lorsque la contrainte de cisaillement  $\tau$  est linéairement proportionnelle à la vitesse de cisaillement, la viscosité est constante et le fluide est dit newtonien. La courbe d'écoulement donnant  $\tau$  en fonction de  $\dot{\gamma}$  est alors une droite. Mais il existe des comportements non-newtoniens plus complexes tels qu'illustrés sur la Figure 2.10. Les fluides rhéofluidifiants ont une viscosité qui diminue lorsque  $\dot{\gamma}$  augmente, comme c'est souvent le cas des polymères fondus utilisés dans l'industrie. Au contraire si la viscosité augmente avec le taux de cisaillement, le fluide est rhéoépaississant. Enfin, certains fluides ne s'écoulent que lorsqu'une contrainte suffisante appelée contrainte seuil leur est appliquée. C'est un comportement caractéristique des fluides de Bingham ou de Herschel-Bulkley. Pour les fluides non-newtoniens la viscosité dépend donc de la vitesse de cisaillement et est exprimée par



$\eta(\dot{\gamma})$ . Dans un mélangeur, le cisaillement est produit par le passage des pales de l'agitateur, et le taux de cisaillement augmente avec la vitesse d'agitation.

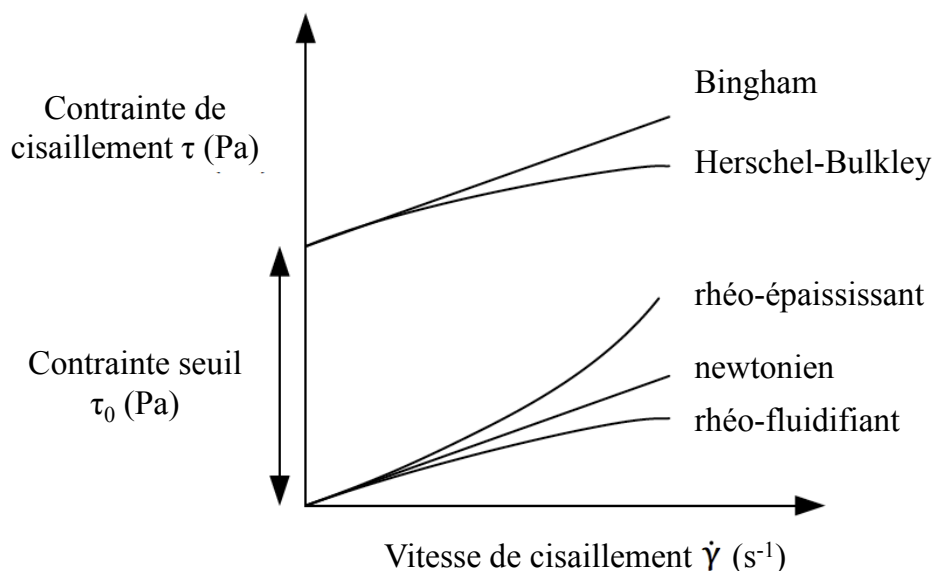


Figure 2.10: Rhéogramme des différents comportements rhéologiques

La viscosité d'un fluide est influencée par différents facteurs : sa structure, sa composition chimique, la température, la pression ou encore la présence d'additifs. Pour certains fluides, comme les solutions de glucose, la température a un impact important et la viscosité baisse fortement pour une augmentation de quelques degrés. L'évolution de la viscosité peut être modélisée par une loi d'Arrhenius donnée par l'équation suivante (Goh Eng Giap, 2010) :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta(\dot{\gamma})_0 * e^{-\left(\frac{E_a}{R*T_p}\right)} \quad 2-3$$

où  $\eta(\dot{\gamma})_0$  est une constante,  $E_a$  l'énergie d'activation (en  $J.mol^{-1}$ ),  $R$  la constante universelle des gaz parfaits, et  $T_p$  la température (en K).

Considérant tous les facteurs influençant la rhéologie, il est évident que le comportement rhéologique d'un fluide peut fortement changer au cours des procédés industriels.

### 2.1.3.1 Rhéologie des suspensions

La présence de solides dans un fluide affecte ses propriétés physiques et rhéologiques. Par exemple, l'ajout de particules solides dans un fluide newtonien peut provoquer un comportement

non-newtonien (Mueller, Llewelin, & Mader, 2009). Pour des faibles concentrations, les interactions entre les particules sont négligeables et la viscosité apparente est identique à celle du fluide. Lorsque la concentration augmente, on observe une hausse de la viscosité initiale et l'apparition progressive d'un comportement rhéofluidifiant (Figure 2.11a, b, et c). Dans le cas de suspensions de sphères monodisperses ce comportement devient très important lorsque la fraction volumique supérieures dépasse 25vol% (Mueller et al., 2009). La baisse de la viscosité avec la vitesse de cisaillement est provoquée par la hausse de la température due à la multiplication des interactions entre particules. Pour des concentrations proches de la concentration maximale, la proximité des particules engendre la création d'un réseau de particules qu'il faut briser pour permettre l'écoulement, et on observe alors l'apparition d'une contrainte seuil (Figure 2.11d). Enfin, pour un compactage maximal, le glissement des couches de particules les unes sur les autres empêche leurs collisions et produit un écoulement newtonien (Figure 2.11.e). Les courbes de la Figure 2.11 représentent la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement.

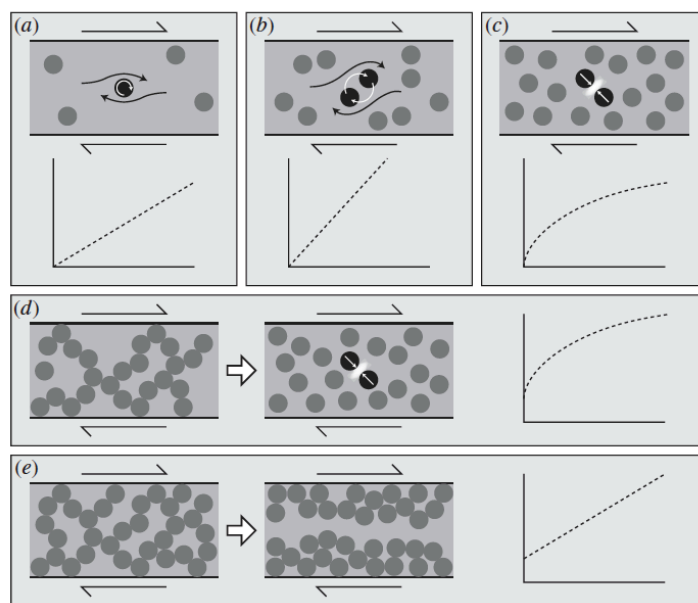


Figure 2.11: Comportement rhéologique des suspensions pour des concentrations en solides de (a) faible à (e) maximale (Mueller et al., 2009)

Il est important de mentionner qu'un comportement rhéoépaississant est également fréquemment rapporté pour des suspensions de particules monodisperses en fluide newtonien (Barnes, 1999). La viscosité de la suspension augmente alors avec la vitesse de cisaillement. Ce phénomène est

expliqué par un réarrangement spatial des particules, qui passent d'une configuration 2D à une configuration 3D après un seuil critique de cisaillement. La vitesse de cisaillement minimale avant apparition de la rhéoépaississence dépend à la fois de la taille, de la distribution de taille et de la forme des particules, mais aussi de la viscosité du liquide, et de la fraction volumique de solides.

Des équations ont été développées pour modéliser l'augmentation de la viscosité en fonction de la fraction volumique de solides. Le modèle de Krieger-Dougherty (1959) est applicable à des suspensions concentrées et donne la viscosité relative sous la forme suivante :

$$\eta_r = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_0}\right)^{-[\eta]_1 \phi_0} = \frac{\eta_{ap}}{\eta_0} \quad 2-4$$

où  $\eta_{ap}$  est la viscosité apparente,  $\eta_0$  la viscosité initiale du fluide,  $[\eta]_1$  la viscosité intrinsèque,  $\phi$  la fraction volumique, et  $\phi_0$  la fraction volumique maximale appelée maximum packing fraction. La valeur de  $\phi_0$  est de 0.64 et  $[\eta]_1 = 2.5$  (Mueller et al., 2009) pour des sphères monodisperses.

Le comportement rhéologique d'un fluide ou d'une suspension influence largement la capacité de pompage et l'efficacité de mélange des agitateurs. Il doit être pris en considération lors de la conception des installations industrielles.

### 2.1.3.2 Efficacité des turbines classiques en milieu visqueux et non newtonien

L'équation constitutive de Newton (Équation 2-2) montre que si la viscosité est élevée le cisaillement produit par la turbine et le transfert de quantité de mouvement sont limités au voisinage de l'agitateur, dont la décharge devient plus horizontale (Ibrahim & Nienow, 1999). Les turbines classiques de type axial ou radial engendrent ainsi une distribution non uniforme du cisaillement et l'on observe la coexistence de zones chaotiques et de zones stagnantes. Il peut se former des régions isolées de forme toroïdale (Figure 2.12), des plans de séparation horizontaux ou encore une large couche claire en surface (M. M. Alvarez, Arratia, & Muzzio, 2002; Bakker, Myers, Ward, & Lee, 1996; Lamberto, Alvarez, & Muzzio, 1999; Lamberto, Muzzio, Swanson, & Tonkovich, 1996; Rice et al., 2006). La capacité de pompage de l'agitateur étant fortement réduite pour des faibles valeurs de Reynolds (Rice et al., 2006), la solution communément développée en industrie est d'ajouter une deuxième ou une troisième turbine le long de l'axe de rotation pour augmenter la circulation axiale du fluide dans la cuve. Mais la réduction du transfert

de quantité de mouvement provoque également une compartimentation dans les mélangeurs à agitateurs multiples, et les lignes de courants limitent l'échange de matières entre les différents étages (Alvarez, Guzmána, & Eliasb, 2005) .

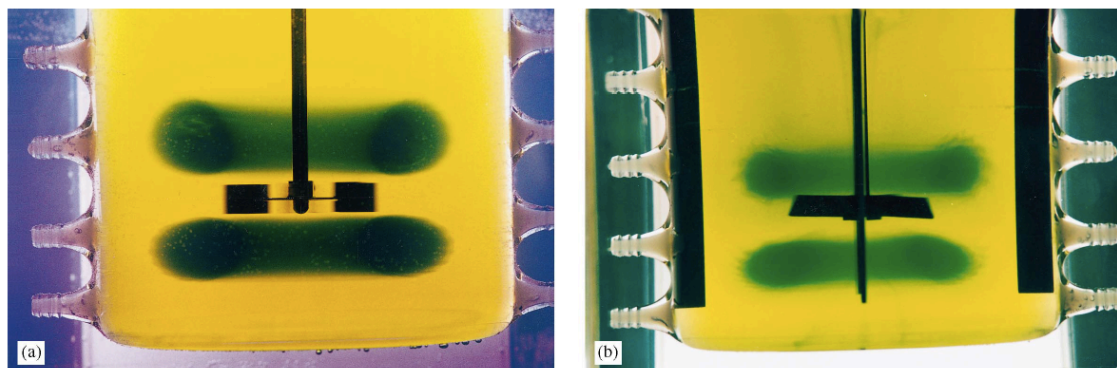


Figure 2.12: Formation de zones toroïdales isolées et non mélangées en régime laminaire (a) RT et (b) PBT (Lamberto et al., 1999)

Dans le cas de fluides ou de suspensions à rhéologie non-newtonienne, il se forme autour de l'agitateur des cavernes dans lesquelles la viscosité du fluide est plus faible que dans le reste de la cuve (Chhabra & Richardson, 2008; Wichterle & Wein, 1981). Le transfert de quantité de mouvement et l'échange de matière sont alors fortement limités et l'agitateur est inefficace (Figure 2.13).

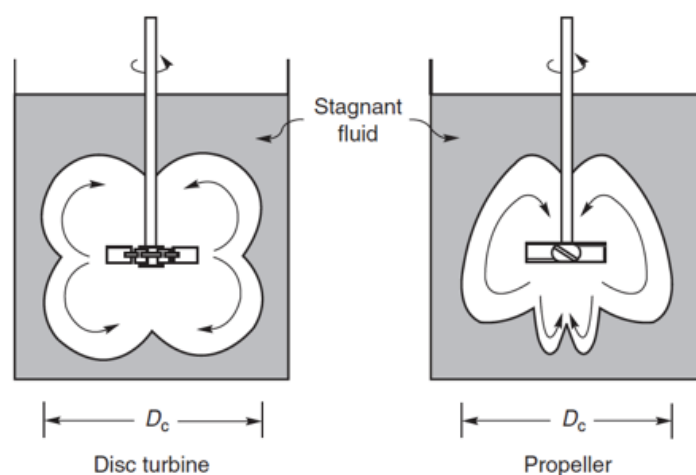


Figure 2.13: Formation de cavene lors de l'agitation de fluides non-newtoniens rhéofluidifiants (Wichterle & Wein, 1981)

On a vu que pour le mélange de fluides visqueux, l'efficacité d'un agitateur est liée à sa capacité à produire un écoulement chaotique dans l'entièreté de la cuve. Avec l'importance

grandissante des fluides visqueux dans l'industrie depuis une cinquantaine d'années, de nouveaux agitateurs à large diamètre ont été développés (Dieulot, Delaplace, Guerin, Brienne, & Leuliet, 2002). Ces agitateurs de proximité produisent une mise en mouvement globale du fluide, augmentent la circulation axiale, et brisent les zones ségréguées. Le ruban hélicoïdal est reconnu comme étant le plus efficace, notamment en configuration double hélice (Delaplace, Leuliet, & Relandeau, 2000). L'écoulement primaire résultant de la géométrie particulière du ruban montre un mouvement rotatif ascendant entre les pales et les parois, intérieur en surface, descendant le long de l'arbre de rotation, et extérieur au fond de la cuve (Figure 2.14). La réorientation constante du fluide produit alors un chaos uniforme dans la cuve.

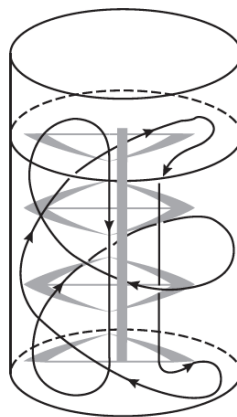


Figure 2.14 : Profil d'écoulement des agitateurs de proximités (Chhabra & Richardson, 2008)

## 2.2 Les suspensions solide-liquide

### 2.2.1 Définition

En général, les suspensions sont classées selon trois régimes illustrés dans la Figure 2.15: la suspension partielle, la suspension complète, et la suspension uniforme.

- En suspension partielle, les particules sont en mouvement permanent mais restent partiellement en contact avec le fond de la cuve. La surface de contact entre le fluide et les particules n'est pas maximale.
- La suspension complète est donnée par le critère de Zwietering, qui la décrit comme un mouvement permanent des particules sans qu'aucune ne reste au contact du fond de la cuve plus de 1 à 2 secondes. Elle est atteinte à la vitesse minimale de suspension complète  $N_{js}$  abordée dans le paragraphe 2.2.3.

- Enfin la suspension uniforme assure une concentration et une distribution des tailles de particules uniforme dans la totalité de la cuve. (Atiemo-Obeng et al., 2004) Une fois l'uniformité atteinte, une augmentation de la vitesse d'agitation n'améliore pas significativement le transfert de masse, et pourrait même être nuisible à la qualité de la suspension (Dohi et al., 2001).

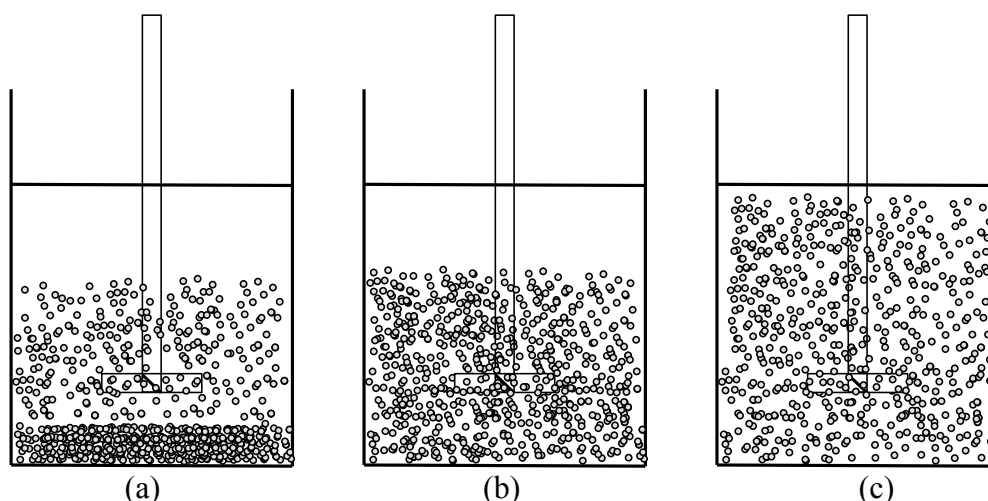


Figure 2.15 : Illustration des différents degrés de suspension : (a) partielle, (b) complète, et (c) uniforme

La suspension complète peut suffire à la dissolution d'un composé car celle-ci repose uniquement sur la vitesse relative entre la particule et le fluide qui est très peu influencée par la vitesse du fluide (Kresta & Brodkey, 2004). Une vitesse d'agitation plus élevée n'améliorera donc pas le transfert de masse de façon significative. Au contraire, comme le procédé de cristallisation requiert une répartition uniforme des cristaux, il est nécessaire d'atteindre la vitesse d'homogénéisation pour éviter des sursaturations locales. La conception des unités de mélange et la définition des conditions opératoires dépendent alors fortement de la nature du procédé.

### 2.2.2 Sédimentation

En mélange solide-liquide, la sédimentation des particules est un paramètre important mais difficile à quantifier de par la complexité des interactions entre les particules. On considère donc la vitesse de sédimentation libre d'une particule isolée dans un fluide au repos. Cette vitesse  $V_t$  sera toujours supérieure à la vitesse de sédimentation du système en mouvement (Atiemo-Obeng et al., 2004). Pour des fluides newtoniens,  $V_t$  est donnée par l'expression suivante :

$$V_t = \left( \frac{4g_c d_p (\rho_s - \rho_l)}{3C_D \rho_l} \right)^{1/2} \quad 2-5$$

où  $C_D$  est le coefficient de trainée dont la valeur varie selon le régime particulaire. Ce régime est défini par le nombre de Reynolds particulaire (Équation 2-6) qui caractérise l'écoulement autour d'une particule sphérique en suspension. Le Tableau 2.1 présente la valeur de  $C_D$  en fonction du  $Re_p$  considéré.

$$Re_p = \frac{\rho_l d_p N}{\mu} \quad 2-6$$

Lorsque la concentration en solides augmente, les interactions entre les particules deviennent significatives et la vitesse de sédimentation diminue. On parle alors de vitesse de sédimentation restreinte notée  $V_{ts}$  (Équation 2-7), qui prend en compte la fraction massique de particules dans la cuve, ainsi que le coefficient  $n$  donné dans le Tableau 2.1.

$$V_{ts} = V_t (1 - X_v)^n \quad 2-7$$

De plus, la chute simultanée d'un groupe de particules va entraîner un mouvement ascendant du fluide qui freine la sédimentation (Peker & Helvacı, 2008). On remarque qu'en régime laminaire ou transitoire, la vitesse de sédimentation est inversement proportionnelle à la viscosité du fluide. Ceci implique que la sédimentation peut-être très lente, voire inexistante dans le cas de fluide très visqueux.

Tableau 2.1: Valeur du coefficient de trainée pour les différents régimes particuliers

Régime	$Re_p$	$C_D$	$n$
Laminaire	<0.3	$24/Re_p$	4.65
Intermédiaire	[0.3 - 1000]	$18.5/Re_p^{3/5}$	$4.375 Re_p^{-0.0875}$
Turbulent	[1000 - $35 \cdot 10^4$ ]	0.445	2.33

### 2.2.3 Vitesse minimale de suspension complète : $N_{js}$

L'objectif de la majorité des opérations de mélange solide-liquide est de maximiser la surface de contact entre le fluide et les particules. Cette condition est suffisante lorsque le transfert de masse contrôle le procédé.

Zwietering est le premier à avoir développé la notion de « just-suspended speed » en 1958 (Zwietering, 1958). Sa définition, basée sur l'observation visuelle, est appelée critère de Zwietering. Elle stipule que  $N_{js}$  est la vitesse minimale de rotation de l'agitateur pour laquelle aucune particule ne reste stationnaire plus de 1 à 2 secondes au fond de la cuve. Il propose la corrélation suivante:

$$N_{js} = S \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)d_p}{\rho_l} \right)^{0.45} \frac{\nu^{0.1} X^{0.13}}{d_p^{0.25} D^{0.85}} \quad 2-8$$

où  $S$  est une constante dépendante de la géométrie du système,  $D$  le diamètre de l'agitateur,  $d_p$  le diamètre des particules,  $X$  la fraction massique (masse de solides/masse de liquide \*100),  $\nu$  la viscosité cinématique du liquide,  $g_c$  la constante d'accélération de la pesanteur, et  $\rho_l$  et  $\rho_s$  les masses volumiques respectives du fluide et du solide.

#### 2.2.3.1 Corrélations

Suite à la première proposition de Zwietering plusieurs corrélations, décrites dans le Tableau 2.2 ont été développées. Elles sont toutes limitées à des cuves munies de contre-pales et à des viscosités et des concentrations en solides faibles.

Plus récemment, plusieurs auteurs ont souligné les limitations de la corrélation de Zwietering pour les systèmes plus chargés, pour des fluides plus visqueux et des cuves sans contre-pale, et ont proposé de nouvelles expressions (Ayranci & Kresta, 2013; Grenville, Mak & Brown, 2010, 2015; Tamburini et al., 2014). Ayranci & Kresta (2013) montrent que la corrélation de Zwietering n'est valable ni pour des concentrations en solides supérieures à 2%, ni pour des fluides à haute viscosité. Wu, Zhu, & Pullum (2002) montrent que l'impact de la concentration  $y$  est sous-estimé, et Ibrahim & Nienow (1999) et Micale, Grisafi & Brucato (2002) observent une large surestimation de  $N_{js}$  pour des viscosités supérieures à 0.01 Pa.s.



Très récemment, Grenville et al. (2015) ont développé une nouvelle corrélation basée sur l'observation visuelle et valable pour des nombre de Reynolds supérieurs à 390 (Grenville et al., 2015). Cependant, cette corrélation est limitée au régime correspondant au domaine inertiel, où les tourbillons de turbulence interagissent avec les particules.

Malgré les nombreux essais pour améliorer la corrélation de Zwietering, les résultats sont encore peu satisfaisants. L'existence d'une corrélation universellement valable est encore à l'étape d'ambition (Jafari, Chaouki, & Tanguy, 2012), et semble limitée par la différence des mécanismes en jeu selon les conditions de fonctionnement et le régime d'écoulement considéré (Armenante et al., 1998).

Tableau 2.2: Corrélations pour la prédiction de  $N_{js}$ 

Référence	Corrélation	Constante
(Zwietering, 1958)	$N_{js} = S \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.45} \frac{d_p^{0.2} v^{0.1} X^{0.13}}{D^{0.85}}$	$S = f \left( \frac{C}{T}, \frac{D}{T} \right)$
(Nienow, 1968)	$N_{js} = S \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.43} \frac{d_p^{0.21} v^{0.1} X^{0.12}}{D^{2.21}}$	$S \propto \left( \frac{D}{T} \right)^{1.5}$
(Baldi et al., 1978)	$N_{js} = S \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.42} \frac{d_p^{0.14} v^{0.17} X^{0.125}}{D^{0.89}}$	$S = f(\text{Re})$
(Armenante et al., 1998)	$N_{js} = S \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.45} \frac{d_p^{0.2} v^{0.1} X^{0.13}}{D^{2.35}}$	$S = f \left( \frac{C}{T}, \frac{D}{T} \right)$
(Ayranci & Kresta, 2013)	$N_{js} = A' \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.5} \frac{d_p^{1/6} X^{0.23}}{N_p^{1/3} D^{2/3}} \frac{T}{D}$	$A' = f(S, NP, \frac{D}{T}, \text{fluide})$
(Tamburini et al., 2014)	$N_{js} = K \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.309} d_p^{0.033} X^{0.115} v^{-0.143}$	$K = f(\text{géométrie et échelle})$
(Grenville et al., 2015)	$N_{js} = \frac{z}{N_p^{0.333} D^{0.667}} d_p^{0.167} X_V^{0.154} \left( \frac{g_c(\rho_s - \rho_l)}{\rho_l} \right)^{0.5} \left( \frac{C}{D} \right)^{0.1}$	$z = f(\text{propriété de l'agitateur})$

### 2.2.3.2 Les forces en action

Pour comprendre les mécanismes de suspensions, il est nécessaire d'évaluer les forces en jeu. Une particule sédimentée est soumise à la fois à la gravité ( $g$ ), à la flottabilité ( $b$ ), au contact entre les particules ( $c$ ), aux forces de portance, et à la force de trainée. Les forces de portance sont dues à deux phénomènes : la rotation de la particule (force de Magnus) et le cisaillement (force de Saffman) (Ayranci et al., 2012). En régime turbulent, ces forces sont générées à la fois par le mouvement global du fluide et par l'éclatement des tourbillons générés par l'agitateur à l'arrière de la particule. En régime laminaire, les tourbillons sont absents et seul le mouvement du fluide aura une action sur la particule (Figure 2.16.a). Les forces de pression et les forces visqueuses étant beaucoup plus importants que dans des fluides non-visqueux, les mécanismes de suspension sont donc à redéfinir dans ce cas (Southard, 2011) (Figure 2.16.b).

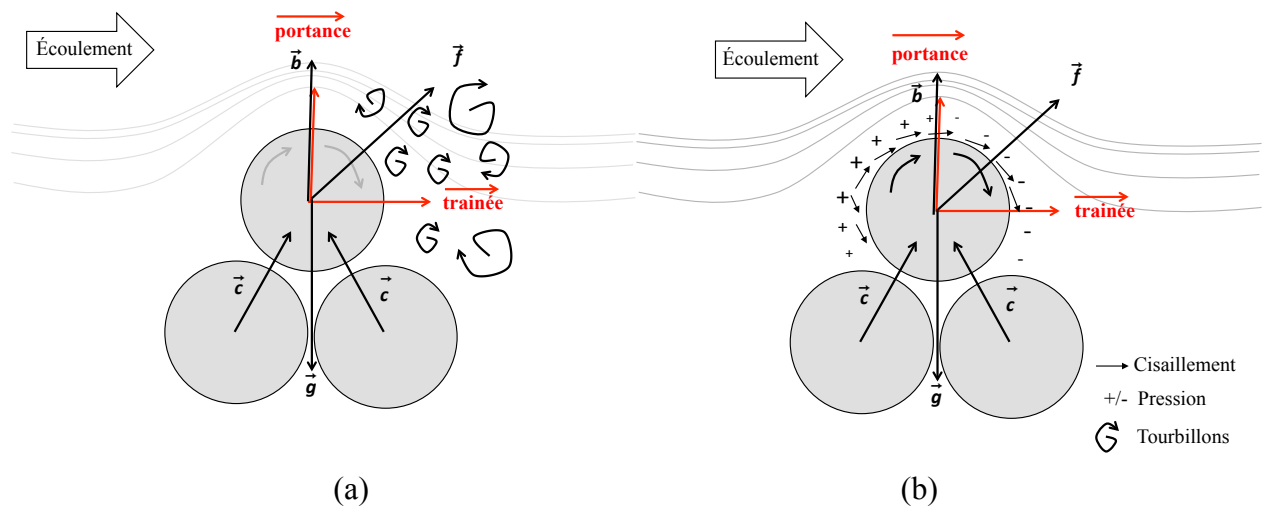


Figure 2.16: Illustration de la suspension en régime turbulent (a) et en régime laminaire (b)

### 2.2.4 Homogénéisation

L'homogénéité d'un milieu diphasique solide-liquide correspond à une bonne distribution et une bonne dispersion des particules dans la totalité du fluide. Distribution et dispersion sont deux mécanismes bien différents qui sont illustrés à la Figure 2.17. Un milieu peut donc être bien dispersé mais faiblement distribué, ou bien distribué mais insuffisamment dispersé.

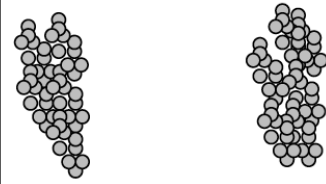
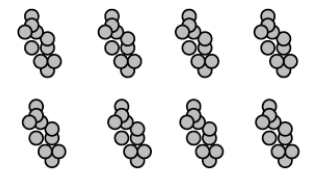
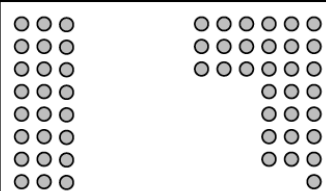
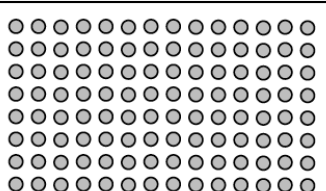
	
Mauvaise Dispersion Mauvaise Distribution	Mauvaise Dispersion Bonne Distribution
	
Bonne Dispersion Mauvaise Distribution	Bonne Dispersion Bonne Distribution

Figure 2.17: Représentation de la dispersion et de la distribution (Manas-Zloczower, 1996)

Pour un procédé tel que la cristallisation une concentration constante de particules est requise dans toute la cuve de mélange, et il est nécessaire d'atteindre une vitesse seuil appelée vitesse d'homogénéisation ( $N_H$ ), supérieure à la vitesse minimale de suspension complète ( $N_{js}$ ).

### 2.2.5 Les suspensions en régime turbulent : influence des paramètres

La conception de systèmes adaptés et efficaces nécessite de connaître l'impact des propriétés du fluide, des particules et de la géométrie sur la mise en suspension et l'homogénéisation.

#### 2.2.5.1 Viscosité du fluide, $\mu$

Une viscosité élevée entraîne une diminution du transfert de quantité de mouvement, ainsi que de la vitesse de sédimentation (Mueller et al., 2009). De plus, les contraintes visqueuses sont beaucoup plus fortes, la turbulence est absente, et la trainée augmente (Tamburini, Cipollina, Micale, & Brucato, 2011). Enfin, on observe que le nombre de Stokes (Équation 2-9) est inversement proportionnel à la viscosité. Or,  $St$  donne le ratio du temps de réponse de la particule sur celui du fluide. Plus  $St$  est faible, plus le couplage entre les particules et le fluide est grand, avec une valeur seuil de 1 au-dessus de laquelle les particules sont déviées des lignes de courant. Les particules sont donc fortement couplées au fluide pour des viscosités élevées. Il a également été montré que la vitesse minimale de suspension diminue et que la dispersion est plus facile en milieu visqueux (Wu, Zhu, & Pullum, 2001). On note que la corrélation de Zwietering prédit une

augmentation de  $N_{js}$  lorsque la viscosité du fluide augmente (Équation 2-8). Le ratio des forces inertielles sur les forces visqueuses donné par le nombre de Reynolds contrôle les différents mécanismes hydrodynamiques et les profils d'écoulement;  $N_{js}$  et  $N_H$  dépendent donc largement du régime d'opération considéré.

$$St = \frac{\rho_s d_p^2 N}{9\mu} \quad 2-9$$

### 2.2.5.2 Concentration en particules, $X_w$

Les différentes interactions (particule-particule, particule-fluide, particule-paroi) ne sont plus négligeables à partir d'une certaine quantité de solides, et la dissipation d'énergie due à la friction solide-liquide diminue la capacité de pompage des agitateurs (Raghava Rao, Rewatkar, & Joshi, 1988). Wu et al. (2002) soulignent que les mécanismes de suspension diffèrent largement de ceux pour des suspensions diluées, mais qu'ils ne sont pas encore connus. En effet, l'augmentation de la fraction de particules entraîne des changements complexes dans le transfert de quantité de mouvement (Ayranci & Kresta, 2011), la vitesse de sédimentation et la rhéologie de la suspension (Jafari, Chaouki, & Tanguy, 2012). La littérature rapporte jusqu'à présent une augmentation de  $N_{js}$  et  $N_H$  ainsi que du temps de mélange en fonction de la fraction de solides pour le mélange solide-liquide en régime turbulent (Bujalski et al., 1999; Jafari, Tanguy, & Chaouki, 2012b; Kraume, 1992).

### 2.2.5.3 Diamètre des particules, $d_p$

Le diamètre d'une particule détermine son volume, son poids et sa surface de contact avec le fluide. La majorité des travaux de recherches en régime turbulent ont démontré que de larges particules étaient plus difficiles à suspendre et à distribuer du fait de la plus grande vitesse de sédimentation (Hosseini, Patel, Ein-Mozaffari, & Mehrvar, 2010; Tamburini et al., 2011). Plus récemment, il a été reporté que pour des cuves sans contre-pale,  $d_p$  n'avait aucune influence sur  $N_{js}$  (Tamburini et al., 2014, Tamburini et al., 2009).

### 2.2.5.4 Agitateur

Les divers types d'agitateurs présentés en introduction créent des profils d'écoulement différents et vont donc engendrer un mouvement des particules différent. Avec les agitateurs axiaux, les particules sont poussées vers les parois et suspendues par les tourbillons dirigés vers le fond. Au

contraire, les agitateurs radiaux de type turbine Rushton forment deux boucles de circulation qui tendent à regrouper les particules vers le centre, et la suspension est alors moins efficace (Ayranci et al., 2012). En régime turbulent, un agitateur axial sera plus adapté à la suspension de particules. L'utilisation des agitateurs de proximité tels que les ancrs ou les ruban hélicoïdaux pour la suspension de particules n'a pas été rapportée, et ne paraît pas justifiée en régime turbulent. Ces agitateurs ont en effet été développés pour le mélange en milieu visqueux. Cependant, la littérature ne mentionne aucune étude du mélange solide-liquide en régime laminaire utilisant des agitateurs de proximité.

Le diamètre de l'agitateur est un paramètre particulièrement influent sur  $N_{js}$ . Son coefficient dans les différentes corrélations connues actuellement atteste de son importance dominante et montre que les particules seront suspendues à des vitesses plus faibles avec de plus larges turbines (Jafari, Chaouki, & Tanguy, 2012). De plus, l'énergie et le cisaillement fournis par de larges pales permettent de distribuer et de disperser les solides de façon homogène à de plus faibles vitesses.

#### **2.2.5.5 Dégagement au fond, C**

On a vu que la distance libre entre l'agitateur et le fond de la cuve détermine le profil des boucles de circulation. Un agitateur axial disposé à une hauteur supérieure à  $C=T/3$  produit un profil radial, moins efficace pour la suspension de particules, alors qu'un agitateur radial placé très proche du fond forme une seule boucle de circulation entraînant un profil axial (Bakker et al., 1994). Dans le cas de la mise en suspension, Armenante & Nagamine (1998) montrent l'existence de 3 régions distinctes pour une PBT: une première zone pour  $C/T < 0.1$  où  $N_{js}$  est constante, puis une zone pour laquelle  $N_{js}$  augmente légèrement avec  $C$ , et une dernière zone où l'efficacité de la turbine est largement diminuée. Cependant, un large dégagement aide à l'homogénéisation en réduisant l'énergie à fournir aux particules pour que celles-ci atteignent la surface du liquide (Jafari, Tanguy, & Chaouki, 2012b)

Cette partie de la revue de littérature est complétée par un tableau détaillé disponible dans l'article présenté dans ce mémoire, en section 4.2.2.

#### **2.2.6 Les suspensions concentrées en milieu visqueux**

En régime turbulent, la suspension et l'homogénéisation de particules reposent sur diverses forces et paramètres d'opérations. Quels sont-ils en régime laminaire ou transitoire? Encore trop

peu de recherches ont été réalisées pour comprendre les mécanismes et l'hydrodynamique des suspensions visqueuses, notamment lorsqu'elles contiennent une large quantité de particules. L'absence de tourbillon, l'importance des contraintes de cisaillement et des forces visqueuses, la faible vitesse de sédimentation et les interactions entre particules vont largement modifier les profils d'écoulement et les mécanismes mis en jeu.

Ibrahim & Nienow ont étudié l'efficacité de différentes turbines sur la suspension de particules en régime transitoire, c'est à dire pour des viscosités allant de 0.01Pa.s à 1Pa.s (Ibrahim & Nienow, 1999). Ils montrent que le dégagement optimal est de  $T/4$ ; pour des valeurs supérieures, l'énergie transmise au lit de particules est trop faible, et pour de plus petites valeurs il se produit une accumulation de particules dans les angles.

Wang et al. (2012) montrent l'effet de la nature de l'agitateur et des contre-pales sur la consommation de puissance pour des suspensions ultra-concentrées. Sans contre-pale les agitateurs axiaux sont plus efficaces, alors qu'en leur présence ils consomment plus que les turbines radiales. La viscosité utilisée est légèrement supérieure à celle de l'eau et cette augmentation entraîne une hausse de la puissance spécifique. Cependant, le régime d'opération reste turbulent.

Tamburini et al. (2014) présentent également une étude sur l'effet des paramètres présentés précédemment sur  $N_{js}$  en cuve sans contre-pale munie d'un couvercle et agitée par une turbine Rushton. Ils montrent que le diamètre des particules n'a pas d'impact sur  $N_{js}$ , mais aussi que plus leur concentration est élevée plus  $N_{js}$  augmente. La géométrie optimale déterminée est  $D=T/3$  et  $C=T/3$ . En augmentant la viscosité ils observent une baisse de  $N_{js}$ . Cependant les valeurs de  $\mu$  ne dépassent pas 47cSt (environ 0.07Pa.s) et restent donc éloignées du régime laminaire.

L'analyse de l'équation développée par Grenville et al. (2015) montre qu'il existe deux régimes: le premier pour lequel les particules de taille supérieure à l'échelle de Kolmogorov sont suspendues par les tourbillons de turbulence, et le deuxième où les particules plus fines sont suspendues dans la sous-couche visqueuse. Malgré la large gamme de viscosités investiguée, l'étude est majoritairement tournée vers le régime turbulent puisque la gamme de Reynolds s'étend de 390 à 650000.

Ainsi, l'état de l'art sur les systèmes de mélange solide-liquide en milieu visqueux et concentré en particule est très limité. La caractérisation expérimentale est une première étape vers la compréhension des mécanismes fondamentaux responsables de la suspension dans ces systèmes.

## 2.3 Caractérisation des systèmes de mélange

### 2.3.1 Puissance de l'agitateur

Mesure fondamentale pour la conception et l'opération des cuves mécaniquement agitées, la puissance représente l'énergie transmise par l'agitateur au fluide. Une analyse dimensionnelle de l'équation de Navier-Stokes permet d'obtenir un paramètre adimensionnel appelé nombre de puissance,  $N_P$  :

$$N_P = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad 2-10$$

$N_P$  relie la consommation d'énergie à la vitesse de rotation, au diamètre de l'agitateur et aux propriétés du fluide mais également au positionnement de l'agitateur (Oldshue, 1961). On note que la puissance croît selon  $N^3$  et  $D^5$  (Équation 2-10); le surdimensionnement des réacteurs est donc à éviter car il entraîne une surconsommation de puissance.

L'évolution de  $N_P$ , donnée dans le Tableau 2.3, dépend du régime d'écoulement dans lequel opère le mélangeur. La constante  $K_P$  correspond à  $N_P$  pour un nombre de Reynolds égal à 1, alors qu'en régime turbulent  $N_P$  est donné par la constante  $K_T$ .

Tableau 2.3: Évolution du nombre de puissance en fonction du régime d'écoulement

Régime	$N_P=f(Re)$	P
Laminaire	$K_P/Re$	$K_P\mu N^2 D^3$
Transitoire	$f(Re)$	$N_P\rho N^3 D^5$
Turbulent	$K_T$	$K_T\rho N^3 D^5$

Comme l'énergie mécanique fournie au fluide est dissipée en chaleur, il est possible de déterminer la puissance fournie au fluide en mesurant la température dans un système isolé. Du fait des pertes thermiques par les parois ainsi que de l'évaporation, cette méthode expérimentale est peu fiable. La mesure de l'ampérage, et l'évaluation des pertes en ligne sont également des moyens utilisés pour déterminer la puissance consommée. Cependant, le moyen le plus précis



d'obtenir la puissance est de déterminer le couple ( $T_m$ ) appliqué sur l'arbre de rotation par la mise en mouvement du fluide. La puissance est alors donnée par la relation suivante :

$$P = 2\pi NT_m \quad 2-11$$

Chaque agitateur est caractérisé par sa courbe de puissance qui représente  $N_p$  en fonction du nombre de Reynolds (Figure 2.18).

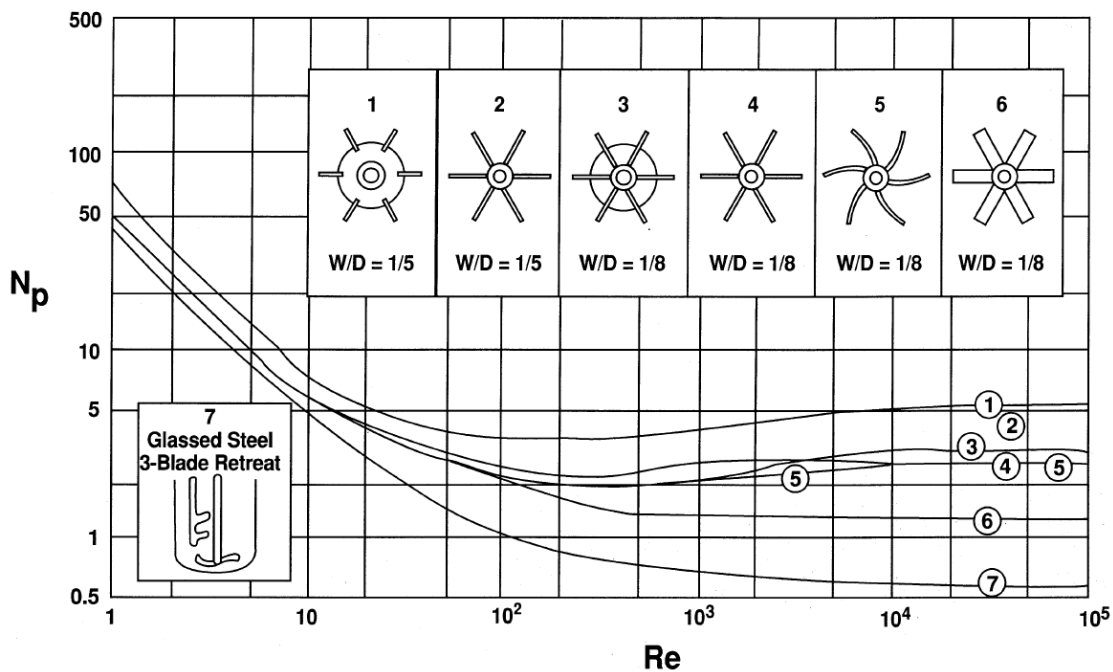


Figure 2.18: Courbes de puissance pour différents agitateurs (Herrajani & Tatterson, 2004)

## 2.3.2 Temps de mélange

### 2.3.2.1 Définition

Il est également possible de caractériser l'efficacité d'un système de mélange par un temps de référence, appelé temps de mélange (Brown, Jones, Middleton, Papadopoulos, & Arik, 2004; Kraume, 1992). En cuve agitée, il correspond à l'intervalle de temps entre l'ajout d'un traceur et l'obtention d'un degré d'homogénéité spécifique. Trois échelles de mélange sont rapportées dans la littérature (Paul et al., 2004) : le macro-mélange correspond à la distribution du traceur dans l'entièreté de la cuve, c'est une mesure globale; le méso-mélange représente quant à lui une échelle inférieure au diamètre de la cuve; et enfin le micro-mélange correspond aux échelles de tourbillons et à la diffusion moléculaire, il donne une mesure locale de la ségrégation des phases

(Danckwerts, 1958). Le temps de mélange mesuré dans la majorité des expériences est de l'ordre du macro-mélange et son caractère global implique qu'il dépend fortement du profil d'écoulement (Levenspiel, 1999).

La détermination d'un indice de mélange est nécessaire pour définir l'homogénéité d'une suspension en fonction des données expérimentales collectées. L'indice de Zlokarnik (2001) est un exemple pour lequel le pourcentage d'homogénéité  $M$  est basé sur le rapport de la variance initiale des concentrations  $\sigma_0$  et celle de l'état en cours  $\sigma$  (Équation 2-12). La valeur seuil à partir de laquelle le mélange est considéré homogène est généralement comprise entre 95 et 99%. Une fois cette valeur atteinte, la suspension est considérée homogène, comme illustré dans la Figure 2.19.

$$M = 1 - \frac{\sigma^2}{\sigma_0^2} \quad 2-12$$

On note que le temps de mélange  $t_m$  dépend de la vitesse de rotation à laquelle sera fixé l'agitateur. On le définit donc de façon adimensionnelle par le nombre de rotations que l'agitateur effectue avant d'atteindre l'homogénéité:

$$\theta_m = N \cdot t_m \quad 2-13$$

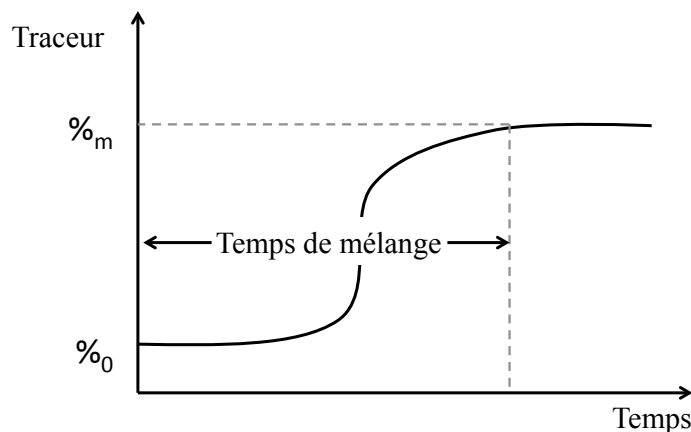


Figure 2.19: Temps de mélange : évolution de la concentration d'un traceur en fonction du temps

### 2.3.2.2 Méthodes expérimentales

Les nombreuses méthodes développées pour la détermination du temps de mélange sont classées en deux familles : les méthodes locales et les méthodes globales (Delaplace et al., 2000).

Les méthodes locales donnent le temps de mélange en un point de la cuve et sont généralement intrusives. Elles peuvent être basées sur la thermographie, la conductimétrie, la pH-métrie ou la fluorimétrie (Cabaret, Bonnot, Fradette, & Tanguy, 2007). Les méthodes globales mesurent le temps de mélange en tout point du volume du fluide et reposent sur des réactions chimiques de colorimétrie, ou des méthodes optiques. Elles sont non-intrusives et permettent la détection des zones isolées non-mélangées. Ces méthodes nécessitent néanmoins la transparence de la cuve car elles sont basées sur l'observation visuelle ou l'utilisation d'appareil optiques, et peuvent être fortement sujettes à la subjectivité de l'observateur.

Les méthodes basiques étant peu appropriées à l'application industrielle, de nouvelles solutions sont nécessaires. L'utilisation de traceur radioactif permet de ne pas perturber l'écoulement et autorise l'étude de système opaque (Rewatkar, Raghava Rao, & Joshi, 1991). Les méthodes telles que le suivi de particules par émission de positron (Parker, Broadbent, Fowles, Hawkesworth, & McNeil, 1993) ou le suivi de particules radioactives (Boyer, Duquenne, & Wild, 2002) ont donc été développées pour l'étude des écoulements multiphasiques. Une autre méthode, développée dans les années 1990 (Mann et al., 1996), est la tomographie par résistance électrique ou ERT, une méthode robuste et non intrusive, également applicable aux systèmes opaques. L'ERT est utilisée dans ce projet pour la détermination de la vitesse d'homogénéisation ainsi que du temps d'homogénéisation, et sera présentée en détail dans le chapitre 2.3.4.

### **2.3.3 Vitesse minimale de suspension complète : $N_{js}$**

#### **2.3.3.1 Observation visuelle**

L'observation du fond de la cuve à l'aide d'un miroir situé sous la cuve permet de déterminer la vitesse de l'agitateur à laquelle les dernières particules sont suspendues. De surcroît, cela permet de déterminer la position des dernières particules suspendues et, conséquemment, la zone la plus difficile à suspendre. Méthode la plus commune et la plus facile à implémenter, l'observation visuelle a été la méthode la plus utilisée dans les travaux de recherches portant sur le mélange solide-liquide. Elle est néanmoins très subjective (Kasat & Pandit, 2005), et la formation de zones stagnantes peut gêner sa détermination.

Une autre méthode visuelle basée sur la hauteur de suspension a été développée par Einkenkel & Mersmann (1977). Selon les auteurs, un changement soudain est détectable lorsque la vitesse de suspension complète est atteinte. Kraume (1992) rapporte que lorsque la hauteur de la suspension

atteint 90% de la hauteur du fluide la totalité des particules est suspendue. Enfin, Hicks, Myers, & Bakker (1997) mesurent la hauteur du lit de particules et définissent  $N_{js}$  comme la vitesse à laquelle cette hauteur est nulle. Cette technique est néanmoins peu fiable puisque la complexité des profils d'écoulement implique fréquemment une irrégularité de la surface du lit (Zhu & Wu, 2002).

Ces méthodes ne peuvent pas s'appliquer aux systèmes opaques ou fortement concentrés en solides, et l'on assiste depuis une vingtaine d'années au développement de nouvelles techniques expérimentales.

### 2.3.3.2 Autres méthodes

Les revues de Kasat & Pandit (2005) et de Tamburini et al. (2012) donnent un aperçu complet des méthodes disponibles aujourd'hui.

La variation de la puissance consommée en fonction de la vitesse d'agitation est une méthode développée par Raghava Roa et al. (1998), puis Rewatkar et al. (1991). A faible vitesse d'agitation, le nombre de puissance diminue car la formation de filets remodèle le lit de particule et facilite l'écoulement. Lorsque les filets se brisent, la suspension commence et la densité apparente du fluide augmente, provoquant une hausse du nombre de puissance. Une fois la suspension complète atteinte, la densité apparente ne change plus et le nombre de puissance est constant (Figure 2.20).

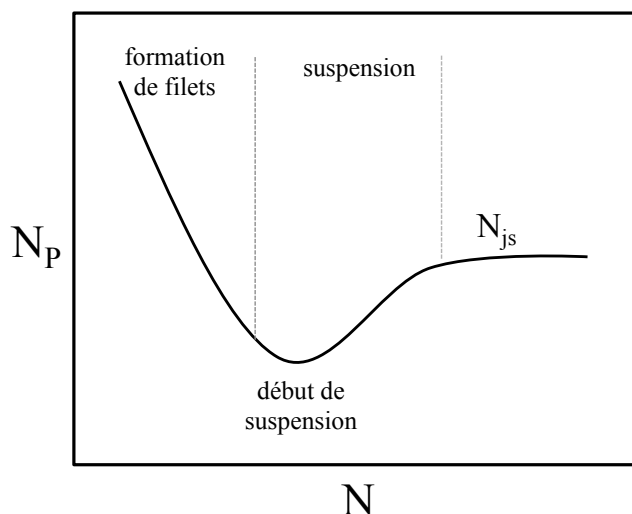


Figure 2.20: Nombre de puissance en fonction de la vitesse d'agitation (Rewatkar et al., 1991)

Plusieurs auteurs définissent  $N_{js}$  comme la vitesse à laquelle la concentration en solide au fond de la cuve est maximale (Bourne & Sharma, 1974; Musil, Vlk, & Jiroudková, 1984). La mesure de la concentration peut reposer sur diverses techniques qui seront abordées dans le paragraphe dédié à l'homogénéisation (section 2.3.4).

Tout comme pour le temps de mélange, l'utilisation de traceurs radioactifs peut être utilisée pour déterminer  $N_{js}$  (Rewatkar et al., 1991). La suspension progressive des particules due à l'augmentation de la vitesse d'agitation fait diminuer la force du signal radioactif émis par le traceur. Une fois la suspension complète, le taux de radioactivité chute brutalement et reste constant. Le coût élevé des matériaux radioactifs et des mesures de sécurité à mettre en place peut néanmoins être un frein à l'utilisation de tels traceurs.

Micale, Grisafi, & Brucato (2002) utilisent l'augmentation de la pression hydrostatique pour quantifier la fraction de solides suspendus. Cette technique est utilisée dans le présent travail et sera présentée en détail dans la prochaine section.

De nombreuses autres méthodes ont été développées au cours des dernières décennies. Buurman, Resoort, & Plaschkes (1986) utilisent l'effet Doppler ressenti au fond de la cuve. La variation du temps de mélange entre le système non-chargé et celui comprenant la suspension de particules permet à Rewatkar et al. (1991) de déterminer  $N_{js}$ . Plus récemment, des méthodes électrochimiques (Jirout et al., 2005) et acoustiques (Ren, Jiang, Wang, Yang, & Zhang, 2008) ont été développées.

Le Tableau 2.4 fait un rappel rapide des principales méthodes et expose les avantages et désavantages de chacune.

Tableau 2.4: Méthodes expérimentales de caractérisation de  $N_{js}$ 

Méthode	Auteurs	Avantages	Désavantages
Observation visuelle	(Zwietering, 1958) (Einenkel & Mersmann, 1977) (Hicks et al., 1997)	Simple et non-intrusive	Subjectivité Systèmes transparents et faibles concentrations seulement
Variation du nombre de puissance	(Rewatkar et al., 1991)	Non-intrusive Systèmes opaques	Mesure très précise du couple requise P dépend de la configuration de la cuve
Diminution de la radioactivité	(Rewatkar et al., 1991)	Non-intrusive Systèmes opaques	Dispersion du traceur altère les mesures Couteuse et peu sécuritaire
Concentration au fond de la cuve	(Bourne & Sharma, 1974) (Musil et al., 1984)	Systèmes opaques	Intrusive Mesure de la concentration imprécise
Effet Doppler	(Buurman et al., 1986)	Non-intrusive Indépendante du matériau	Dispersion des signaux par la paroi
Pression de jauge	(Micale et al., 2002)	Non-intrusive Indépendante du matériau et de l'échelle	Mesure précise des pressions Élimination des effets dynamiques imprécise

### 2.3.3.3 Technique de pression de jauge

L'utilisation des mesures de pression pour déterminer la quantité de solides suspendus a été développée en premier par Brucato & Rizzuti (1997), puis employée par Aziz et al. (1999) et Micale et al. (2000; 2002). La suspension partielle des particules étant une condition courante dans l'industrie, il est important de pouvoir déterminer quelle est la quantité de solides véritablement suspendue à une vitesse donnée.

Cette technique est basée sur l'augmentation de la densité apparente mesurée dans le fluide et induite par la mise en suspension des particules dans le liquide. Cette augmentation entraîne une hausse de la pression hydrostatique ressentie dans le fond de la cuve. L'installation d'un capteur de pression permet de relever cette augmentation de pression et d'estimer la quantité de solides dans le fluide.

Lors de la mise en suspension des particules, deux contributions sont à prendre en considération pour l'augmentation de la pression : la pression hydrostatique, et la pression hydrodynamique. Lorsque les particules reposent sur le fond de la cuve, leur densité n'influence pas la densité apparente du fluide, leur poids étant supporté par le fond et les parois. Mais une fois suspendues, les particules sont supportées par le fluide, dont la densité apparente augmente. Lorsque toutes les particules sont suspendues, la pression hydrostatique reste stable. Cependant, l'agitation du milieu va engendrer des forces dynamiques verticales qui ne peuvent pas être négligées.

Pour retirer l'effet de la pression hydrodynamique et ne garder que la contribution hydrostatique, Micale et al. (2002) considèrent que l'évolution des pressions obtenues à des vitesses de rotation supérieures à  $N_{js}$ , est uniquement due à la pression dynamique. Considérant l'équation de Bernoulli (Équation 2-14), où  $E_p$  est l'énergie potentielle et  $E_c$  l'énergie cinétique, pour un fluide incompressible de densité constante, on note que la pression  $P$  mesurée en un point est reliée quadratiquement à la vitesse du fluide. La courbe de la pression mesurée en fonction de la vitesse d'agitation forme alors une parabole qui vient couper l'axe des ordonnées en un point qui sera défini comme la pression de suspension complète  $\Delta P_{js}$  (Figure 2.21). En retirant la parabole à la courbe des pressions brutes mesurées on obtient une courbe corrigée donnant l'augmentation de pression due uniquement à la suspension des solides dans le fluide. Un palier indique la valeur de  $N_{js}$ .

$$E_p + E_c + P = \rho g z + \frac{1}{2} \rho v^2 + P = \text{Constante} \quad 2-14$$

Il est alors possible de calculer la fraction de solides suspendus  $X_s$  en calculant le rapport  $\Delta P / \Delta P_{js}$ . La courbe résultante correspond à une fonction de Weibull.

La Figure 2.21 (a), tirée des résultats de cette étude, montre bien qu'après une forte augmentation la pression suit l'évolution d'une parabole correspondant à la pression dynamique finale. La fraction de particules suspendues est donnée par la Figure 2.21 (b).

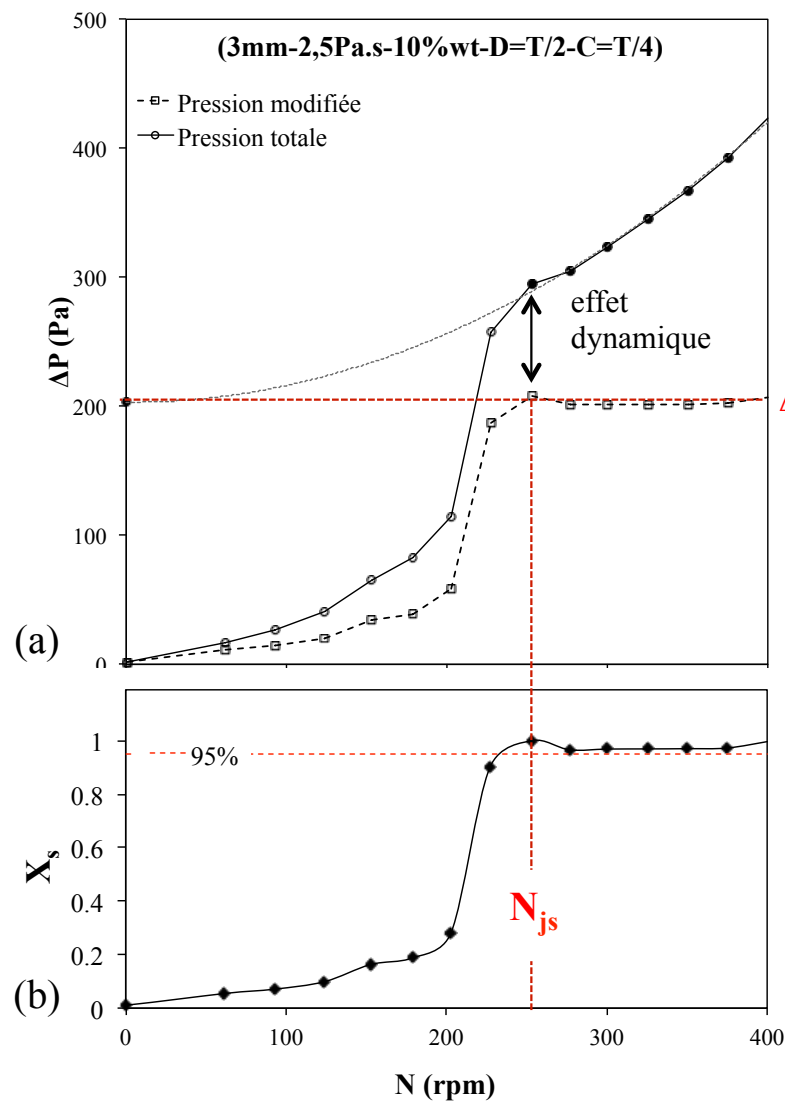


Figure 2.21: Augmentation de la pression (a) et fraction de solides suspendus (b) en fonction de la vitesse d'agitation



Il est important de préciser que la position du capteur a un impact sur le résultat de la mesure. Aziz et al. (1999) montrent ce phénomène en mesurant la pression à cinq endroits différents indiqués sur la Figure 2.22. La pression évolue différemment dépendamment du type d'agitateur ainsi que de chacune de ces localisations. Micale et al. (2002) décident d'installer un seul capteur situé entre le centre de la cuve et la paroi, à  $45^\circ$  des contre-pales (correspondant à la position 2 de la Figure 2.22), où ni l'accumulation de particules au niveau des jonctions, ni leur stagnation sous l'agitateur ne pourront altérer les mesures.

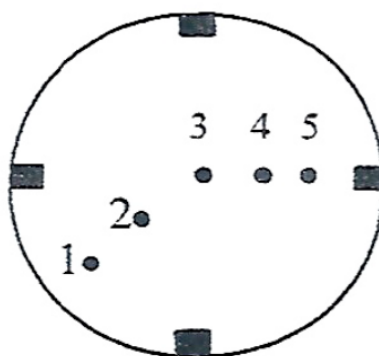


Figure 2.22: Schéma de la localisation des capteurs dans le fond de la cuve (Aziz et al., 1999)

## 2.3.4 Homogénéisation

### 2.3.4.1 Méthodes de mesure de la concentration

Les techniques expérimentales disponibles pour déterminer la concentration des particules ont été largement décrites dans la littérature (Brown et al., 2004; Jafari, Tanguy, & Chaouki, 2012b; Kasat & Pandit, 2005) .

L'homogénéité a parfois été évaluée en fonction de la hauteur de la suspension, appelée Cloud Height (Bujalski et al., 1999; Hicks et al., 1997). Cette hauteur critique correspond à la distance entre le fond de la cuve et l'interface entre la masse de particules suspendue et la couche claire en surface (Figure 2.23). Pour des vitesses inférieures à  $N_H$ , une large couche de liquide en surface indique une faible distribution et donc une faible homogénéité.

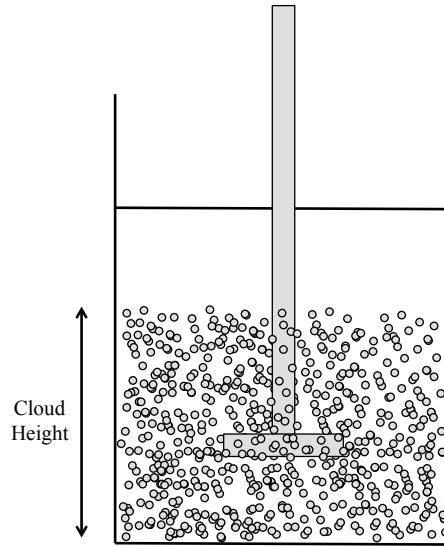


Figure 2.23: Illustration de la hauteur de suspension ou Cloud Height

Bittorf & Kresta (2003) définissent un volume actif limité par la hauteur de suspension et proposent une corrélation permettant de prédire CH (Équation 2-15) :

$$CH = \frac{N}{N_{js}} \left( 0.84 - 1.05 \left( \frac{C}{T} \right) + 0.7 \frac{\left( \frac{D}{T} \right)^2}{1 - \left( \frac{D}{T} \right)^2} \right) \quad 2-15$$

Cependant, la hauteur de suspension est un paramètre global et ne peut pas être considérée comme témoin de l'homogénéité. Elle ne permet pas en effet de déterminer la qualité locale du mélange, c'est à dire la variation de la concentration des particules dans la cuve.

L'observation visuelle des profils d'écoulement peut être utilisée dans l'objectif de choisir la localisation des sondes de mesure, et permet également de détecter certains phénomènes inhabituels. Mais elle ne permet pas de quantifier la concentration des particules surtout pour les suspensions concentrées pour lesquelles les particules masquent le profil généré par l'agitateur.

La technique d'échantillonnage est une méthode robuste et facilement applicable qui a été très utilisée malgré son caractère intrusif (Bourne & Sharma, 1974; Dohi et al., 2001). En plus de déterminer la concentration des particules en un ou plusieurs points de la cuve, elle permet de connaître la distribution des tailles de particules. Il est à noter que les concentrations mesurées vont dépendre de la localisation choisie pour le retrait de l'échantillon et du temps mis par l'expérimentateur, et que la prise de l'échantillon perturbe l'écoulement.

Pour un fluide conducteur et des particules non-conductrices, ou inversement, il est possible de déterminer la concentration locale des particules en mesurant la conductivité électrique dans un volume donné. La fraction volumique de particules sera en effet proportionnelle à la conductivité (Brown et al., 2004).

Enfin les méthodes optiques basées sur l'absorption ou la diffusion de la lumière donnent la concentration de solides en utilisant des relations comme la loi de Beer-Lambert. Cependant, l'utilisation d'appareils optiques, comme les diodes électroluminescentes (Fajner, Magelli, Nocentini, & Pasquali, 1985), requièrent des installations transparentes. Tout comme pour la méthode de conductivité, les méthodes optiques présentent elles aussi l'inconvénient de sondes intrusives qui dérangent l'écoulement et ne permettent pas de distinguer l'effet de la distribution des tailles de particules de celui de la fraction volumique (Brown et al., 2004; Musil & Vlk, 1978).

#### **2.3.4.2 Tomographie par résistance électrique**

Parmi les nombreuses techniques de visualisation d'écoulement, la tomographie à résistance électrique (ERT) est une méthode robuste, peu coûteuse et non intrusive qui permet d'outrepasser l'opacité des installations industrielles (Mann et al., 1997; Mann et al., 1996). Cette technique d'imagerie apparue dans les années 1920 et héritée des domaines médical et géophysique a pour objectif de déterminer la distribution de la conductivité électrique suite à l'injection d'un courant (York, 2004). Elle permet la visualisation de suspensions polyphasiques via la détermination de la distribution d'un matériau dans un milieu. (Dickin & Wang, 1996).

Le système de l'ERT se décompose en différentes parties illustrées dans la Figure 2.24: les capteurs, l'acquisition de données et la reconstruction d'image.

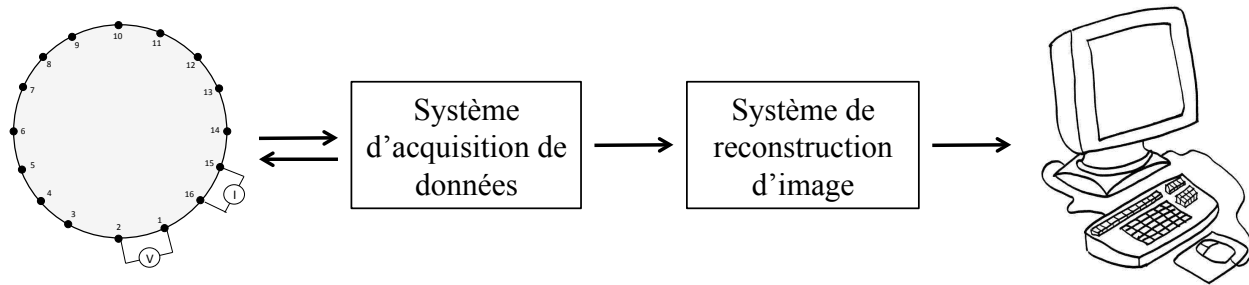


Figure 2.24: Description schématique du système ERT

Les capteurs électriques sont des électrodes métalliques non intrusives en contact avec le fluide conducteur. Il existe plusieurs stratégies d'injection de courant, la plus fréquente étant la stratégie adjacente : un courant sinusoïdal est appliqué à travers une paire d'électrodes et le potentiel résultant est mesuré au niveau des autres paires, puis le courant est appliqué à la paire suivante, créant ainsi un quadrillage de mesures (York, 2004).

Le système d'acquisition de données assure la génération contrôlée de courant sinusoïdal, la réception des signaux de voltage en réponse à l'injection de courant et leur amplification, et la conversion des signaux analogiques en signaux numériques.

La reconstruction d'image est réalisée par un algorithme de reconstruction simple appelé Linear Back Projection. Cet algorithme, qui repose sur la multiplication matricielle (York, 2004), assure une importante résolution temporelle et permet la production d'images en ligne, mais la résolution spatiale est limitée à 10% du diamètre de la cuve (Giguère, Fradette, Mignon, & Tanguy, 2008). Il n'est donc pas possible d'obtenir une concentration locale précise. Néanmoins la valeur moyenne de la résistivité sur chaque plan permet d'apprécier la qualité globale du mélange. Il est possible de produire des représentations de la distribution de la conductivité en 2D, comme illustré en Figure 2.25, et en 3D par compilation de plusieurs plans.

Il est important de souligner que la conductivité peut également être influencée par la température du mélange ou la présence d'impuretés. Des corrections sont possibles en utilisant des valeurs de référence et la température du fluide.

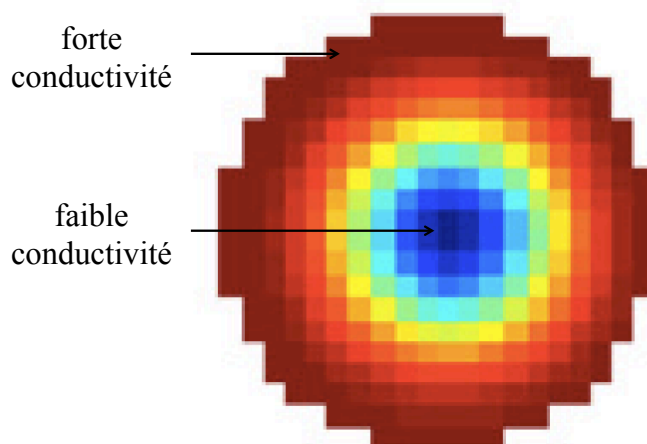


Figure 2.25: Tomogramme 2D produit par le système ERT (Giguère et al., 2008)

## 2.4 Résumé et objectifs

Malgré l'importance des suspensions de particules solides dans l'industrie, les connaissances sont encore trop limitées pour assurer une bonne conception des installations et réduire les coûts et les pertes liés au mélange. Les travaux théoriques et expérimentaux réalisés depuis les travaux de Zwietering en 1958 ont ouvert la voie à l'étude et la compréhension des procédés de mélange en régime turbulent. Mais aujourd'hui de plus en plus de procédés impliquent des fluides visqueux et de larges concentrations de particules, un système pour lequel la théorie du mélange turbulent ne peut s'appliquer, et qui n'a malheureusement pas encore fait l'objet de recherches poussées. Plusieurs auteurs ont souligné les limitations de la corrélation de Zwietering lorsque la viscosité augmente et que le régime d'écoulement n'est plus turbulent, lorsque la fraction de particules est supérieure à 2wt%, et lorsque le mélange est opéré dans une cuve sans contre-pale (Ayranci & Kresta, 2013; Grenville et al., 2015; Ibrahim & Nienow, 1999; Tamburini et al., 2014). La présence d'une large quantité de particules et le changement de régime d'opération modifient l'écoulement et les mécanismes responsables de la suspension et de l'homogénéisation des particules. La compréhension de l'hydrodynamique, et notamment l'évaluation de l'effet des propriétés physicochimiques ainsi que de l'arrangement géométrique de la cuve, est donc un premier pas vers l'optimisation de la conception industrielle pour ces systèmes.

De nombreuses méthodes expérimentales de caractérisation ont été développées pour l'étude des systèmes de mélange solide-liquide. L'observation visuelle est la technique la plus simple et la

plus utilisée. Elle n'est cependant pas applicable dans le cas de suspensions concentrées, pour lesquelles l'opacité induite par la présence d'une grande quantité de particules dans la cuve interdit la détermination précises des paramètres clés du mélange solide-liquide, tels que la vitesse de suspension complète  $N_{js}$ , la vitesse d'homogénéisation  $N_H$  et le temps d'homogénéisation  $t_H$ . Parmi les différentes méthodes non intrusives et applicables pour des systèmes opaques, la technique de pression de jauge et la tomographie par résistance électrique ont été choisies dans ce projet, dans l'objectif de déterminer respectivement  $N_{js}$ , et  $N_H$  et  $t_H$ .

L'objectif général de ce projet est de caractériser expérimentalement le mélange solide-liquide pour des fluides visqueux et de larges concentrations de particules en cuve agitée par une PBT, pour en comprendre plus précisément l'hydrodynamique et enrichir l'état de l'art actuel.

Plus particulièrement, les objectifs spécifiques sont les suivants :

- Obtenir un set de données expérimentales permettant la caractérisation simultanée de la mise en suspension et de l'homogénéisation via le développement d'un montage complet.
- Déterminer l'impact de paramètres géométriques et des propriétés du fluide et du solide, notamment la viscosité du liquide et la présence d'une quantité de particules pouvant potentiellement modifier les mécanismes de suspension et d'homogénéisation.
- Identifier les mécanismes en jeu lors de la suspension des particules dans le fluide, et leur homogénéisation dans la cuve.
- Développer une banque de données expérimentales pouvant être utilisées pour la validation de modèles numériques multiphasiques, dont l'utilisation permet de confirmer et compléter l'étude expérimentale.

## CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE

### 3.1 Systèmes de mélange

#### 3.1.1 Fluides et solides utilisés

Les fluides utilisés sont des solutions newtoniennes de glucose d'une viscosité de 1Pa.s, 2.5Pa.s et 4Pa.s. La viscosité est mesurée avec un viscosimètre Couette (Bohlin Visco 88 BV), et la densité des différentes solutions évaluée en pesant 100ml de glucose pour chacune. Il est important de rappeler que la viscosité de la solution de glucose est très sensible à la température ambiante.

La phase solide est constituée de billes de verres sphériques d'une masse volumique de  $2500\text{g/m}^3$  et d'une sphéricité de 90%, fournies par Metalfini et Potters Industries. Deux diamètres de particules sont étudiés : 0.5mm ( $dp_{32}=516\mu\text{m}$ ) et 3mm ( $dp_{32}=3.02\text{mm}$ ). Trois concentrations massiques sont testées : 10%, 22.5% et 35%. Ces concentrations correspondent respectivement à des fractions volumique de 6.1%, 14.4% et 23.8%, et à des hauteurs de lit représentant 10.9%, 25.3% et 43.8% de la hauteur du fluide. On note qu'elles restent inférieures à la limite de 24vol% au-dessus de laquelle l'écoulement et la rhéologie sont significativement modifiés (Mueller et al., 2009). Elles peuvent néanmoins avoir un impact potentiel sur les mécanismes de suspension et d'homogénéisation des particules.

#### 3.1.2 Géométrie de la cuve

Les expériences sont réalisées dans une cuve cylindrique de 36.5cm de diamètre (T). Pour permettre l'utilisation de la méthode de pression de jauge, le fond de la cuve est choisi plat. La présence de contre-pales n'étant pas nécessaire, voire nuisible, dans des systèmes de mélange avec des fluides visqueux (Tamburini et al., 2009), celles-ci ne sont donc pas installées. Pour déterminer l'impact du diamètre de l'agitateur, deux turbines à pales inclinées de diamètre  $D=T/2$  et  $D=T/3$  sont utilisées. La largeur des pales est de  $W_i=0.2D$ , et l'épaisseur de  $e=0.01D$ . De plus, l'effet du dégagement au fond (C) a été étudié en installant l'agitateur à des distances de  $T/3$ ,  $T/4$  ou  $T/5$  du fond de la cuve. La cuve est équipée de capteurs de pression installés dans le fond et sur les côtés de celle-ci, ainsi que d'un système commercial de tomographie par résistance électrique (p2000+ par ITS, Royaume-Uni). Les différents plans sont repartis verticalement et

espacés les uns des autres de 9 cm. Le système de mélange est schématisé sur les Figure 3.1 et Figure 3.2.

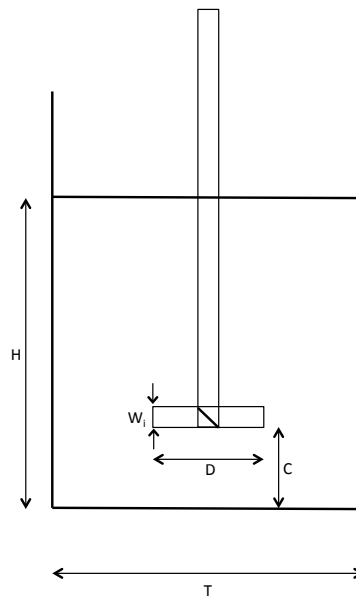


Figure 3.1: Schéma simplifié du montage en coupe transversale

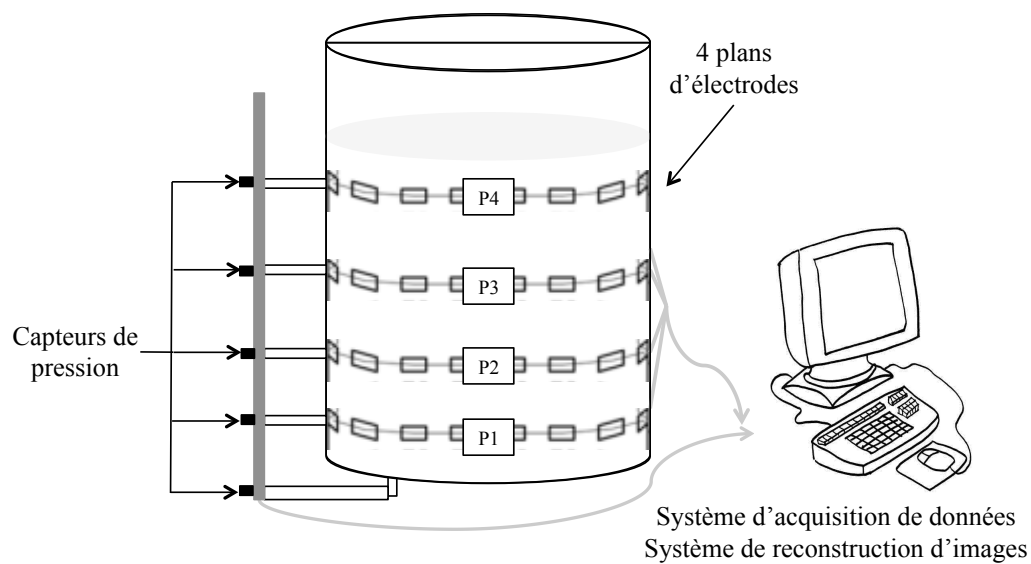


Figure 3.2: Schéma complet du système de mélange

Comme on le verra plus loin, pour les géométries considérées et les différentes propriétés des fluides, le nombre de Reynolds associé à  $N_{js}$  est toujours inférieur à 325. Les expériences correspondent donc au début du régime transitoire, et les mécanismes de suspension sont donc plus proches de ceux en régime laminaire, présentés précédemment.



### 3.2 Stratégie expérimentale : plan d'expérience optimal

Dans l'objectif d'une étude globale du système de mélange présenté précédemment, 5 facteurs sont investigués : le diamètre des particules, la viscosité du fluide, la concentration en particules, le dégagement et le diamètre de l'agitateur (voir Tableau 3.1). Selon la revue de la littérature présentée dans ce mémoire, ces cinq facteurs ont un effet important sur la suspension et l'homogénéisation des suspensions de particules. D'autres facteurs significatifs, tels que la différence de densité entre le liquide et le solide, la polydispersité des tailles de particules, ou encore la rhéologie du liquide, n'ont pas été étudiés ici malgré l'importance de leur impact. La méthode classique de faire varier un facteur à la fois, requiert la réalisation de 108 expériences pour le nombre de facteurs et de modalités considérés ( $2^2 \cdot 3^3 = 108$ ), qui correspondent à un temps d'expérimentation considérable compte tenu des importants temps de sédimentation entre chaque expérience (pouvant aller jusqu'à 8h pour le fluide le plus visqueux et la concentration la plus élevée). Pour permettre l'obtention d'un maximum d'informations en un nombre d'expériences réalisable dans un temps limité, nous avons suivi un plan d'expériences I-optimal.

Tableau 3.1: Liste des facteurs étudiés et des modalités testées

<b>Facteurs</b>	<b>Modalités</b>
Diamètre de particule $d_p$ (mm)	0.5 - 3
Viscosité $\mu$ (Pa.s)	1 - 2.5 - 4
Fraction massique de solides $X_w$ (%)	10 - 22.5 - 35
Dégagement au fond C/T	0.2 - 0.27 - 0.33
Diamètre de l'agitateur D/T	0.33 - 0.5

Les plans optimaux sont recommandés si le nombre d'expériences est trop important, si certaines configurations sont impossibles ou si l'étude comprend à la fois des facteurs catégoriques et des facteurs continus (Montgomery, 2012). Parmi les critères d'optimalité disponibles, les critères D- et I-optimaux sont les plus utilisés pour construire des modèles de prédiction de réponse. Le plan I-optimal utilisé ici minimise la variance de la prédiction moyenne et permet d'éviter certaines expériences limites fortement contraignantes, notamment lorsque la viscosité et la concentration sont élevées (Montgomery, 2012).

Cette stratégie nous permet d'obtenir l'effet des 5 facteurs ainsi que ceux de leurs interactions en 32 essais, présentés dans le Tableau 3.2.

Tableau 3.2: Liste des expériences du plan I-optimal

n°	d <sub>p</sub>	μ	X <sub>w</sub>	C/T	D/T	n°	d <sub>p</sub>	μ	X <sub>w</sub>	C/T	D/T
1	0.5	1	10	0.2	0.5	18	3	1	10	0.2	0.33
2	0.5	1	10	0.33	0.33	19	3	1	10	0.33	0.5
3	0.5	1	22.5	0.265	0.33	20	3	1	22.5	0.265	0.33
4	0.5	1	22.5	0.265	0.5	21	3	1	35	0.2	0.5
5	0.5	1	35	0.2	0.33	22	3	1	35	0.33	0.33
6	0.5	1	35	0.33	0.5	23	3	2.5	10	0.265	0.5
7	0.5	2.5	10	0.265	0.33	24	3	2.5	22.5	0.2	0.33
8	0.5	2.5	22.5	0.2	0.33	25	3	2.5	22.5	0.265	0.5
9	0.5	2.5	22.5	0.2	0.5	26	3	2.5	22.5	0.33	0.33
10	0.5	2.5	22.5	0.33	0.5	27	3	2.5	35	0.265	0.33
11	0.5	2.5	35	0.265	0.5	28	3	4	10	0.2	0.5
12	0.5	2.5	35	0.33	0.33	29	3	4	10	0.33	0.33
13	0.5	4	10	0.2	0.33	30	3	4	22.5	0.265	0.5
14	0.5	4	10	0.33	0.5	31	3	4	35	0.2	0.33
15	0.5	4	22.5	0.33	0.33	32	3	4	35	0.33	0.5
16	0.5	4	35	0.2	0.5						
17	0.5	4	35	0.265	0.33						

### 3.3 Mesure de la vitesse minimale de suspension complète

La méthode de caractérisation utilisée pour déterminer  $N_{js}$  est la technique de pression de jauge décrite en 2.3.3. Un capteur de pression Freescale (MPX5010DP), dont la précision est de 5% de la gamme de mesure, a été installé dans le fond de la cuve à la position optimale définie par Micale et al. (2002), et selon la configuration présentée dans la Figure 3.3.

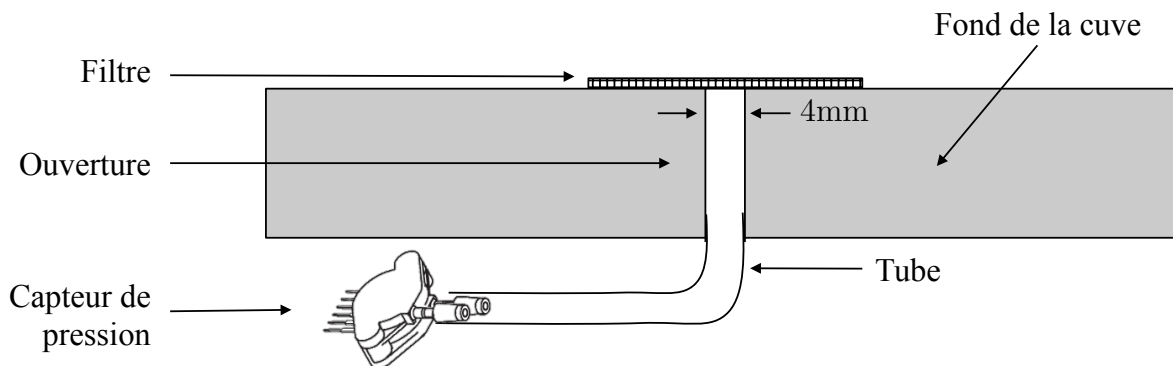


Figure 3.3: Schéma de l'installation du capteur de pression au fond de la cuve

La vitesse d'agitation est initialement fixée à 30 rpm puis elle est augmentée progressivement par pas de 25 rpm. Le changement de vitesse est réalisé dès l'obtention d'un signal de pression stable dans le temps qui correspond à une quantité de solides suspendus constante. L'expérience est interrompue dès que la surface libre est trop instable et qu'un entrainement d'air risque de détériorer la mesure. La vitesse correspondante est égale à 500rpm dans le cas des solutions les moins visqueuses agitées par la PBT de diamètre  $T/2$ , et atteint une valeur de 1200rpm pour la PBT de diamètre  $T/3$ .

L'acquisition des données est faite par une carte d'acquisition (ATmega, 10bit) dont la résolution est améliorée par une technique d'oversampling (Kester, 2009), et les pressions sont ensuite traitées selon la technique de Micale et al. (2002). L'augmentation de la pression totale et de la pression modifiée est représentée en fonction de la vitesse d'agitation (Figure 3.4) ;  $N_{js}$  correspond alors au début du plateau formé par la pression modifiée.

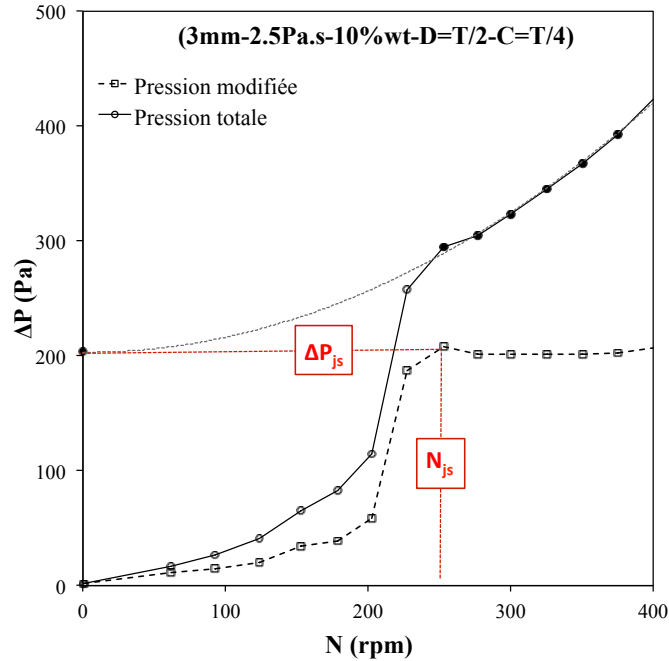


Figure 3.4: Augmentation de la pression en fonction de la vitesse d'agitation

La fraction massique de solides suspendus est calculée en faisant le rapport de l'augmentation de la pression hydrostatique (pression modifiée) sur la pression hydrostatique à  $N_{js}$ , nommée  $\Delta P_{js}$  sur la Figure 3.4 (Équation 3-1).

$$X_s = \frac{\Delta P}{\Delta P_{js}} \quad 3-1$$

On obtient, tout comme Micale et al. (2002), une courbe en forme de « S » pouvant être modélisée par une fonction de Weibull (Figure 3.5).

La validité de cette technique a été confirmée en régime turbulent. Bien que la présence des particules et leur concentration influencent le profil d'écoulement et donc la pression hydrodynamique ressentie en un point, Micale et al. (2002) ont montré que la différence était faible pour les plus petites vitesses d'agitation. Dans notre cas, la décharge axiale générée par l'agitateur est atténuée par les forces visqueuses et la pression dynamique mesurée est diminuée. Mais la reproductibilité des mesures, présentée ultérieurement dans la partie des résultats, permet de confirmer la fiabilité de la technique dans notre cas.

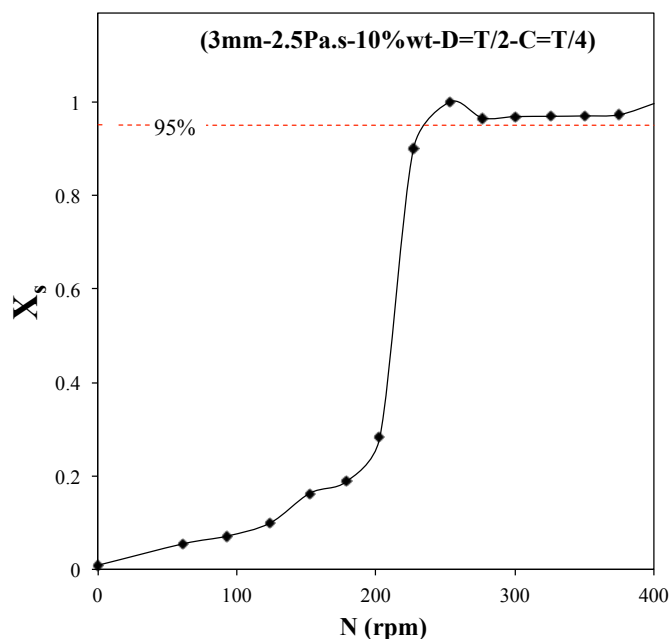


Figure 3.5: Fraction massique de solides suspendus en fonction de la vitesse d'agitation

### 3.4 Mesure de la vitesse et du temps d'homogénéisation

#### 3.4.1 Description du système ERT

Le système expérimental utilisé dans notre étude compte 4 plans de 16 électrodes dont la position est rigoureusement équidistante, une condition requise par le système de reconstruction d'images (Dickin & Wang, 1996). Des boulons en acier inoxydable sont utilisés en tant qu'électrodes et sont répartis à une distance de 7.15cm les uns des autres autour de la cuve. Les électrodes sont reliées à un système d'acquisition de données lui-même relié à un ordinateur. Les mesures de résistivité sont collectées toutes les 1.5s et exportées pour traitement. Le montage est représenté schématiquement sur la Figure 3.2.

#### 3.4.2 Détermination de $N_H$ et $t_H$

La suspension de particules dont la conductivité est inférieure à celle du fluide, entraîne une augmentation de la résistivité mesurée. La résistivité étant mesurée simultanément avec la pression, la démarche expérimentale est donc identique. Lorsque la résistivité demeure stable avec l'augmentation de la vitesse d'agitation, l'homogénéité est atteinte et l'on observe un plateau correspondant à  $N_H$ . Une méthode précise et répétable a été développée pour déterminer cette valeur : la résistivité est tracée en fonction de la vitesse d'agitation pour chacun des plans et

la pente est calculée entre chaque point des courbes correspondantes. Lorsque l'homogénéité est atteinte, la valeur de chaque pente est proche de zéro. On procède selon le calcul suivant pour déterminer un indice d'homogénéité %H pour chaque vitesse  $N_i$ :

$$s_{ij} = \frac{R_{i+1,j} - R_{i,j}}{(N_{i+1} - N_i)/N_{max}} \quad 3-2$$

$$\%H_k = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^4 s_{ij}}{\sum_{i=1}^{i,max} \sum_{j=1}^4 s_{ij}} * 100 \quad 3-3$$

où  $R_{i,j} = (r/r_0) - 1$  est la résistivité normalisée du plan  $j$  à la vitesse d'agitation  $N_i$ , et  $i,max$  est l'indice de la vitesse maximale atteinte lors de l'expérience. Les Figure 3.6 et 37 présentent les données brutes et les données traitées avec lesquelles on peut déterminer la vitesse d'homogénéisation à 95%.

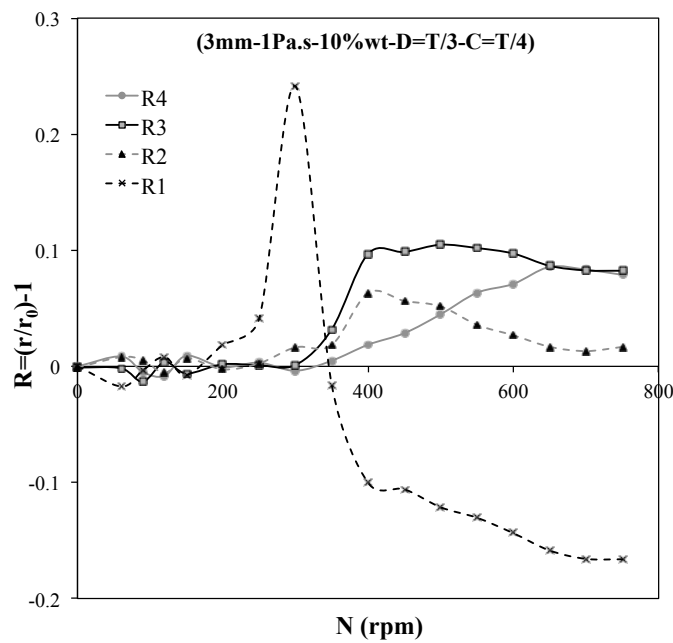


Figure 3.6: Valeur de résistivité normalisée sur les plans 1 à 4 en fonction de la vitesse d'agitation

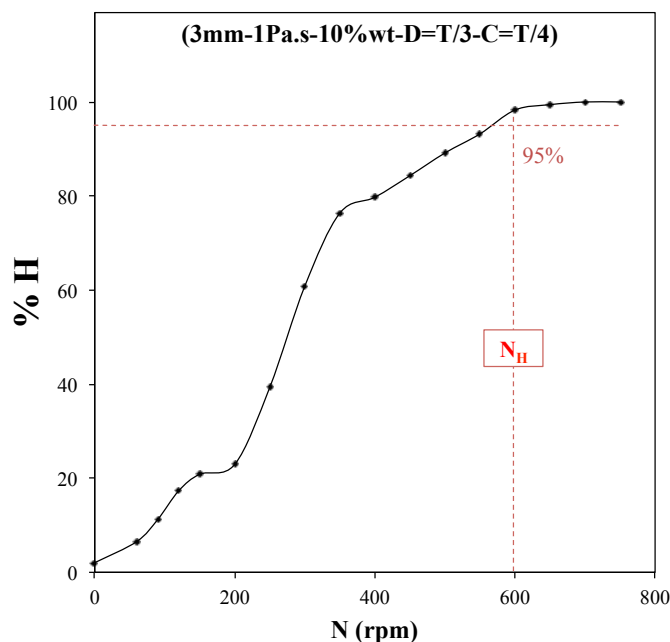


Figure 3.7: Indice d'homogénéité calculé en fonction de la vitesse d'agitation

Le temps d'homogénéisation correspond ici au temps nécessaire pour suspendre, distribuer et disperser les particules dans la totalité de la cuve. La vitesse de l'agitateur est fixée à la valeur  $N_H$  déterminée dans l'étape précédente (600rpm dans le cas présenté en Figure 3.7) et la résistivité est traitée selon la même méthode, utilisant les Équations 3-2 et 3-3, avec  $i$  un indice correspondant au temps. Par exemple, la stabilisation des valeurs de résistivité observable sur la Figure 3.8 correspond à l'indice  $\%_H$  de 95% sur la Figure 3.9. Le temps de mélange est de 70s dans les deux graphiques.

### 3.5 Mesure de puissance

Le couple est mesuré avec un couple-mètre (Ono Sokki, convertisseur: TS-2700, détecteur: SS-200) ayant une gamme de mesure de 0 à 5 N.m et une erreur de 0.01% de cette plage, soit 0,05N.m. La vitesse de rotation est mesurée par tachymètre à détecteur magnétique (Ono Sokki, MP981) avec une erreur fixe de 0,5rpm.

Les valeurs brutes du couple sont moyennées pour chaque vitesse d'agitation et le couple résiduel  $T_r$ , c'est à dire le couple mesuré lorsque l'agitateur tourne à vide, est retiré. La puissance est calculée selon l'Équation 3-4 :

$$P = 2\pi N(T_m - T_r)$$

3-4

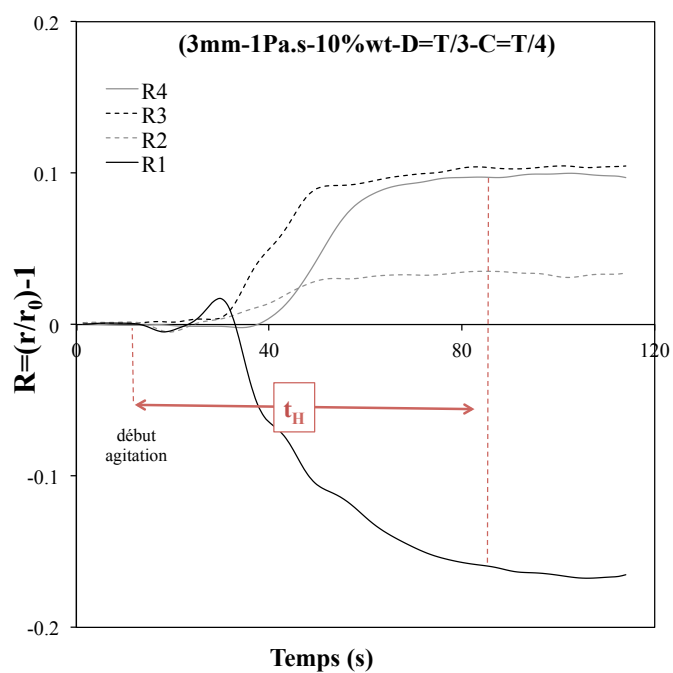


Figure 3.8: Valeur de résistivité sur les plans 1 à 4 en fonction du temps.

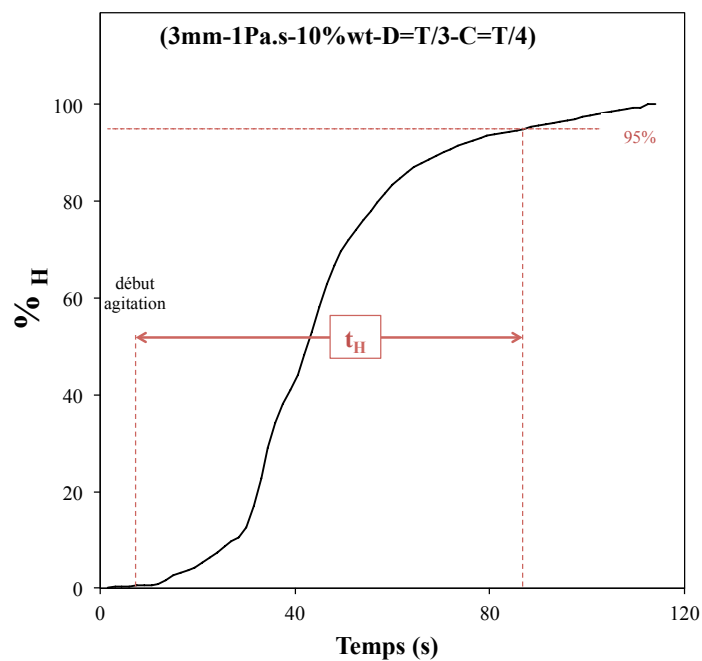


Figure 3.9 : Indice d'homogénéité calculé en fonction du temps



## CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### 4.1 Présentation de l'article

Cet article soumis à Chemical Engineering Research and Design décrit les méthodes et résultats de l'étude expérimentale du mélange solide-liquide pour des suspensions concentrées de particules sphériques en milieu visqueux, présentée précédemment. Le mélangeur est une cuve agitée par une turbine à pales inclinées. Deux méthodes expérimentales principales ont été utilisées pour caractériser l'effet de 5 facteurs sur la mise en suspension et l'homogénéisation de particules de verre dans des solutions visqueuses de glucose. D'après une revue de l'état de l'art, le diamètre des particules  $d_p$ , la viscosité du fluide  $\mu$ , la concentration de solides  $X_w$ , le diamètre de l'agitateur  $D$ , et le dégagement au fond  $C$  ont un impact important sur l'efficacité du mélange solide liquide et sont donc investigués dans le présent travail.

La technique de pression de jauge développée par Micale et al. (2002) et la tomographie par résistance électrique, dont la reproductibilité et la pertinence sont tout d'abord établies, sont utilisées pour déterminer de la vitesse minimale de suspension complète  $N_{js}$ , la vitesse d'homogénéisation  $N_H$ , et le temps d'homogénéisation  $t_H$ . Un plan d'expériences I-optimal permet de déterminer les effets des 5 facteurs, ainsi que de leurs interactions respectives, en 32 essais expérimentaux. L'analyse statistique réalisée à l'aide du logiciel JMP permet de déterminer les facteurs les plus significatifs dans le système étudié, et d'établir des modèles linéaires simplifiés donnant l'effet des facteurs sur l'évolution de  $N_{js}$ ,  $N_H$  et  $t_H$ . Les valeurs obtenues sont comparées aux coefficients de la corrélation de Zwietering, et confirment les limitations de celle-ci dans la conception des systèmes de mélange solide-liquide non dilués en milieu visqueux. Les mécanismes de suspension sont discutés, à la lumière des résultats obtenus, dans l'objectif d'expliquer les différences observées et d'apporter une meilleure compréhension de l'hydrodynamique du système de mélange étudié dans ce projet.

## 4.2 Article 1: Experimental investigation of the mixing of viscous liquids and non-dilute concentrations of particles in a stirred tank

Manon Lassaigue, Bruno Blais, Louis Fradette<sup>8</sup>, François Bertrand<sup>7</sup>

*Research Unit for Industrial Flow Processes (URPEI), Department of Chemical Engineering, Polytechnique Montreal, P.O. box 6079, Station CV, Montreal, CANADA, H3C 3A7*

**Keywords:** Solid-liquid mixing - viscous fluid - high solids loading – stirred tank – just suspended speed.

### 4.2.1 Abstract

Despite the importance for the process industry of solid-liquid mixing operations involving viscous liquids and high solids concentrations, most of the reported results have been obtained in the turbulent regime with low solids loadings. In this work, the suspension of non-dilute concentrations of spherical particles in viscous liquids is investigated through the determination of the just-suspension speed  $N_{js}$ , the homogenization speed  $N_H$  and the homogenization time  $t_H$ . The pitched blade turbine, which is a common and suitable agitator for the suspension of solids in the turbulent regime, is chosen.  $N_{js}$  is obtained using the pressure gauge technique, and  $N_H$  and  $t_H$  via electrical resistance tomography. The impact of the particle diameter  $d_p$ , the solids mass concentration  $X_w$ , the liquid viscosity  $\mu$ , and the impeller diameter  $D$  and off-bottom clearance  $C$  are assessed. In particular, the effect of  $d_p$  and  $\mu$  on  $N_{js}$  are observed to be in contradiction with the Zwietering correlation, which was derived in the turbulent regime. This is attributed to the hydrodynamics and mechanisms prevailing in the laminar and early transitional regimes, which are similar to those for the erosion of a particle bed. This also explains the discrepancies between our experimental values and the values of  $N_{js}$  predicted by the Zwietering correlation. Also, increasing  $X_w$  affects  $N_{js}$  in a more complex manner than what is predicted by this correlation. Finally, our results indicate that particle bed erosion is the dominating phenomenon to consider both to suspend the particles and achieve a uniform suspension in the tank.

---

<sup>8</sup> Corresponding authors: François Bertrand (francois.bertrand@polymtl.ca) or Louis Fradette (louis.fradette@polymtl.ca)

### 4.2.2 Introduction

Solid-liquid mixing in agitated vessels is a common unit operation that plays a key role in the chemical process industry. In many of these operations, such as in chemical reactors containing a solid catalyst, the main objective is to reach a certain level of homogeneity, and to maximize the contact area between the two phases. Although most of the literature on solid-liquid mixing relates to the turbulent regime (Atiemo-Obeng et al., 2004; Oldshue, 1961), for the cosmetics, food and pharmaceutical industries, for instance, the systems usually involve viscous, possibly non-Newtonian, liquids and large concentrations of solids to suspend. The complexity arising from both the geometry of the vessel and the rheology of the suspensions can lead to the formation of unfamiliar flow patterns, and the estimation of the key parameters remains unclear. In particular, the Zwietering correlation (Zwietering, 1958), as further discussed below, has several limitations for high solids loadings and laminar systems, which may lead to poor predictions of the just-suspended speed  $N_{js}$ , causing important quality deterioration and large economic losses (Ibrahim & Nienow, 1999; Paul et al., 2004). Consequently, it is necessary to improve our understanding of the influence of the geometry, fluid and solid properties, and operating parameters on the flow dynamics of this type of solid-liquid mixing operations.

For solid-liquid mixing in stirred tanks, the degree of suspension required depends on the type of operation. On-bottom suspension (Figure 4.1a), in which some of the particles rest on the bottom of the tank can be, for instance, sufficient for highly soluble solids dissolution (Atiemo-Obeng et al., 2004). To maximize the solid-liquid interfacial surface area and therefore the mass transfer, it is usually necessary to operate at complete off-bottom suspension state, as illustrated in Figure 4.1b (Ayranci, Ng, Etchells, & Kresta, 2013). This condition corresponds to the just suspended speed  $N_{js}$ , and has been defined by Zwietering as the « impeller speed at which no particle remains stationary at the bottom of the tank for more than 1 or 2 seconds » (Zwietering, 1958). He proposed the following correlation:

$$N_{js} = S \left( \frac{g(\rho_s - \rho_l)d_p}{\rho_l} \right)^{0.45} \frac{v^{0.1} X^{0.13}}{d_p^{0.25} D^{0.85}} \quad 4-1$$

where  $g$  is the gravity,  $\rho_s$  and  $\rho_l$  the solid and fluid densities,  $v$  the kinematic viscosity, and  $X$  the solids content (solid mass/liquid mass \* 100). Other parameters that affect  $N_{js}$  and that are related

to the geometry of the mixing system are included in the constant  $S$ : the tank diameter, the impeller type and off-bottom clearance, the tank bottom shape, and the baffle off-bottom clearance (Atiemo-Obeng et al., 2004).

$N_{js}$  is an essential parameter for the design of stirred tanks, which explains the considerable body of research on this topic in the last decades. However, most of the articles referring to the minimum agitation speed for complete suspension relate to the turbulent regime and low concentrations of solids, i.e. inferior to 2wt% according to Ayranci et al. (2013). Only a few papers have pointed out the unsuitability of the existing correlations for viscous fluids and high solids concentrations (Ayranci & Kresta, 2013; Grenville et al., 2015; Ibrahim & Nienow, 1999, 2009; Tamburini et al., 2014).

A study performed in the transitional regime using a 1Pa.s fluid showed that the Zwietering correlation may over-predict  $N_{js}$  by more than 90% (Ibrahim & Nienow, 1999). These authors reported that, up to 0.01Pa.s, the Zwietering correlation is applicable, although there are considerable limitations at small values of the Reynolds number ( $Re$ ). Besides, above solids contents of 2wt%, the particle-particle interactions increase and the suspension behavior may deviate from that predicted by the Zwietering correlation (Ayranci & Kresta, 2011). This comes from the fact that the effect of solids loading is complex and that, in particular, the exponent on  $X$  depends on the type, number and position of the impeller in the tank (Wu et al., 2001). Grenville et al. (2015) state that the Zwietering correlation does not account correctly for the effect of  $\mu$ ,  $\Delta\rho=\rho_s-\rho_l$  and scale on  $N_{js}$ . They propose a new correlation based on experiments and covering a large range of viscosities in the transitional regime. Another source of uncertainty is the constant  $S$  in the Zwietering correlation, which is difficult to determine. While it is known to depend on  $T$ ,  $D$  and  $C$  (Atiemo-Obeng et al., 2004), it has been reported that the particle diameter and type are also of great importance (Ayranci & Kresta, 2011).

Most of the experimental work done so far to determine  $N_{js}$  has relied on visual observation of the movement of the particles at the bottom of the tank using a mirror (e.g. Zwietering, 1958). Some work has also used observations from the side of the vessel (Kraume, 1992). Though relatively simple to implement, this method is subjective, and gives no information on the fraction of solids suspended at an impeller velocity below  $N_{js}$  (Kasat & Pandit, 2005). It is also limited to solids concentrations lower than 2%wt and to the use of a transparent vessel, which is

uncommon for large-scale systems. Different alternate approaches have been developed to overcome these limitations. One of them is the pressure gauge technique (PGT). This technique is based on the measurement of the pressure at the bottom of the tank and can be applied on double- and three-phase systems over a large range of solids concentrations (Brucato et al., 1997; Micale et al., 2000; Micale et al., 2002; Tamburini, Cipollina, Micale, Brucato, et al., 2011). For a thorough review on  $N_{js}$  and its characterization, the reader is referred to Kasat and Pandit (2005), Jafari et al. (2012), and Tamburini et al. (2012).

A suspension is said to be homogeneous when the distribution and dispersion of the particles are uniform in the tank (Figure 4.1c). When this condition is reached, the impeller speed is called the homogenization speed  $N_H$ . Above this impeller speed, no substantial improvement in mass transfer can be achieved by increasing it (Dohi et al., 2001).

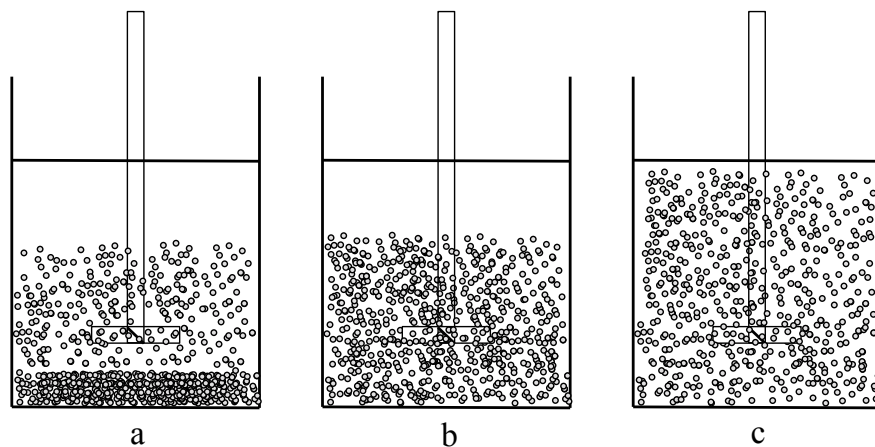


Figure 4.1: States of suspension: on-bottom suspension (a), off-bottom suspension (b), and uniform suspension (c).

Along this line, the homogenization time  $t_H$  corresponds to the time necessary for the agitator to lift the particles, distribute them in the entire tank and obtain the maximum degree of homogeneity. It depends on the impeller speed and, for this reason, it is measured at  $N=N_H$ . This time is different from the mixing and the circulation times usually encountered in the literature: the former gives the time for an added volume of fluid to be uniformly mingled in a second fluid (Brown et al., 2004), and the latter represents the time taken for an element of fluid to achieve a loop in the vessel (Delaplace et al., 2000).

An homogenization process can be characterized by measuring the solids concentration throughout the tank. Optical methods are frequently employed for this purpose although they are

limited to concentrations under 1-2%w/w (Špidla, Sinevič, Jahoda, & Machoň, 2005). Other techniques such as the sample withdrawal method or the conductivity method are also used, but their intrusive effect has been observed to disrupt the flow (Barresi & Baldi, 1987; Špidla et al., 2005). To eliminate the drawbacks associated with intrusive methods, Mann et al. (1996) have developed a technique based on electrical resistance tomography (ERT) to measure and characterize mixing in stirred tanks (Mann, 2009; Mann et al., 1997; Mann et al., 1996). This technique is simple, robust and suitable for opaque systems (Mavros, 2001). Note that radioactive tracer techniques such as positron emission particle tracking PEPT (Parker et al., 1993), are non intrusive and may also be used in opaque vessels (Rewatkar et al., 1991). The radioactive particle tracking (RPT) technique, which has been used in our group to investigate the behavior of granular mixing (Alizadeh, Bertrand, & Chaouki, 2014) and gas-liquid mixing (Bashiri, Bertrand, & Chaouki, 2015) systems, could also be considered for the characterization of solid-liquid mixing systems.

A review of the state-of-the-art highlighting the importance of the effect of several geometrical factors and mixture properties on solid suspension in the turbulent regime is summarized in Table 4.1. For the 5 factors that have been investigated, it can be noticed that different conclusions were drawn depending on the geometry, the experimental technique used or the suspension state sought.

The objective of this work is to gain insight into the influence of the operating parameters and governing forces and mechanisms on the suspension in the laminar and early transitional regimes of large concentrations of particles in viscous Newtonian liquids, as provided by a stirred tank equipped with a pitched blade turbine (PBT). First, the methodology, which combines PGT and ERT experimental techniques, as well as torque measurements, is described thoroughly. Results from a design of experiments are then analyzed and discussed.

Table 4.1: Effect of mixer geometry and mixture properties on suspension

Effect	Impeller type <sup>2</sup>	Experimental method	References
D	- Axial flow impeller are more favorable for solid suspension	PBT, RT, CBT	Gamma-ray densitometry (Jafari, Tanguy, & Chaouki, 2012a)
	- $N_{js}$ decreases when D increases ( $\propto D^{-2}$ )	PBT	Visual observation (Sharma & Shaikh, 2003)
	- D=T/3 impellers are more efficient than D=T/2 in turbulent regime	A310	Visual observation (Ayranci et al., 2012)
	- D/T=0.35 is the optimal ratio	PBT, HE-3	Visual observation Mathematical modeling (Bakker et al., 1994)
	- D=T/3 disk turbine shows poor ability to suspend particles in 1Pa.s fluid	Mixed flow, HE3 InterMIGs	Visual observation (Ibrahim & Nienow, 2009)
$d_p$	- The plurality of conclusions reflects the complexities of the effect of $d_p$	LightninA310, PBT	Visual observation (Ayranci & Kresta, 2013)
	- Two regimes of suspension for particles smaller and bigger than 1mm	HE3, PBT	Visual observation (Myers, Fasano, & Corpstein, 1994)
	- Smaller particles are easier to suspend in water	RT	Steady cone radius method (Tamburini, Cipollina, Micale, & Brucato, 2011)
	- Larger $d_p$ implies larger settling velocity and higher $N_H$	A100, A200, A310, A320	Electrical resistance tomography (Hosseini et al., 2010)
	- $N_{js}$ is independent of $d_p$ for unbaffled tanks	RT	Steady cone radius method (Tamburini et al., 2014)
$\mu$	- Poor mixing zones occur in single phase laminar mixing	RT	Visualization techniques (M. M. Alvarez et al., 2005)
	- Flow patterns change due to the dampening of axial circulation ( $\mu$ up to 1Pa.s).	RT, PBT, HE3, A310, InterMIGs	Visual observation (Ibrahim & Nienow, 1999)
	- $N_{js}$ and the specific energy dissipation rate $\epsilon_{js}$ increase when $\mu$ increases	RT, PBT, HE3, A310, InterMIGs	Visual observation (Ibrahim & Nienow, 1999)
	- Axial impellers exhibit a radial profile that leads to a less efficient suspension taking place at the center	RT, PBT, A320	Visualization techniques (Lamberto et al., 1999)
	- Due to a decrease of the settling velocity, higher $\mu$ results in smaller $N_{js}$	A310, PBT, DT	Laser Doppler velocimetry (Wu et al., 2001)

<sup>2</sup>PBT: pitched blade turbine, FBT: flat blade turbine, DT: disk turbine, RT: Rushton turbine, CBT: curved blade turbine, HE3: high efficiency impeller, A100: Lightning propeller, A200: Lightning PBT, A310: Lightning low viscosity impeller, A320: Lightning low Re impeller

	Effect	Impeller type <sup>2</sup>	Experimental method	References
$X_w$	- The multiplication of particle interactions leads to an increase in energy dissipation and poorer suspension	A310, PBT	Visual observation	(Ayranci & Kresta, 2011)
	- Mixing times are larger for large solids concentrations (>10wt%)	PBT, DT, propeller	Decolorization method	(Kraume, 1992)
	- Above 10wt% of solid loading, the occurrence of a clear layer at the surface attests to the loss of mixing efficiency	A-310, A-315, InterMIGs	Decolorization method, visual observation	(Bujalski et al., 1999)
	- Increasing solid loading delays the homogenization in a more pronounced way for axial impellers	PBT, RT, CBT	Gamma-ray densitometry	(Jafari, Tanguy, et al., 2012b)
	- Higher settling times facilitates the homogenization once the particles have been lifted	A100, A200, A310, A320	Electrical resistance tomography	(Hosseini et al., 2010)
	- The occurrence of low viscosity cavern around the impeller causes a decrease in the impeller efficiency	PBT, RT	Visualization technique	(Wichterle & Wein, 1981)
C	- The flow patterns change: radial impeller shows axial flow below $C=T/5$	DT, FBT, PBT, HE3	Visual observation	(Armenante & Nagamine, 1998)
	- For radial impellers, $N_{js}$ increases with an increasing clearance	RT	Visual observation	(Conti et al., 1981)
	- $N_{js}=f(C/T)$ shows 3 zones for PBT: $C/T<0.1$ , constant; $0.1<C/T<0.35$ , slight increase; $C/T>0.35$ , steep increase	PBT	Visual observation	(Sharma & Shaikh, 2003)
	- Throttling effect: for $C/T<0.05$ , the flow is unable to suspend the particle at the wall/bottom corner	DT, FBT, PBT, HE3	Visual observation	(Armenante & Nagamine, 1998)
	- For 1Pa.s fluid, $N_{js}$ is minimum at $C=T/4$ , as particle accumulation and significant momentum loss are prevented	RT, PBT, HE3, A310, InterMIGs	Visual observation	(Ibrahim & Nienow, 1999)
	- The cloud height and the particle distribution increase with larger clearance	PBT, RT, CBT	Gamma-ray densitometry	(Jafari, Tanguy, et al., 2012b)
<sup>2</sup> PBT: pitched blade turbine, FBT: flat blade turbine, DT: disk turbine, RT: Rushton turbine, CBT: curved blade turbine, HE3: high efficiency impeller, A100: Lightning propeller, A200: Lightning PBT, A310: Lightning low viscosity impeller, A320: Lightning low Re impeller				



### 4.2.3 Material and Method

Figure 4.2 depicts the tank used in this study and Table 4.2 provides the dimensions. A flat bottom was used because it is more suitable for the implementation of the pressure gauge technique (Brucato et al., 1997), even though it is known that the wall-to-bottom junction makes the particles more difficult to suspend owing to possible recirculation loops therein (Sharma & Shaikh, 2003), and dished bottoms are more efficient for solid suspensions (Bubbico, Di Cave, & Mazzarotta, 1998; Jafari, Tanguy, et al., 2012a). Baffles are not recommended for applications such as crystallization, precipitation and systems involving viscous fluids (Brucato, Cipollina, Micale, Scargiali, & Tamburini, 2010; Tamburini et al., 2009). In our case, the viscosity is high and a tank without baffles was considered to avoid dead zones and the accumulation of particles. Recent results have indicated that the absence of baffles can change the hydrodynamics of the suspension in the tank (Tamburini et al., 2014). Two pitched blade turbines (PBT) with  $T/2$  and  $T/3$  diameters, and 3 different bottom clearances of values  $T/3$ ,  $T/4$ , and  $T/5$  were used.

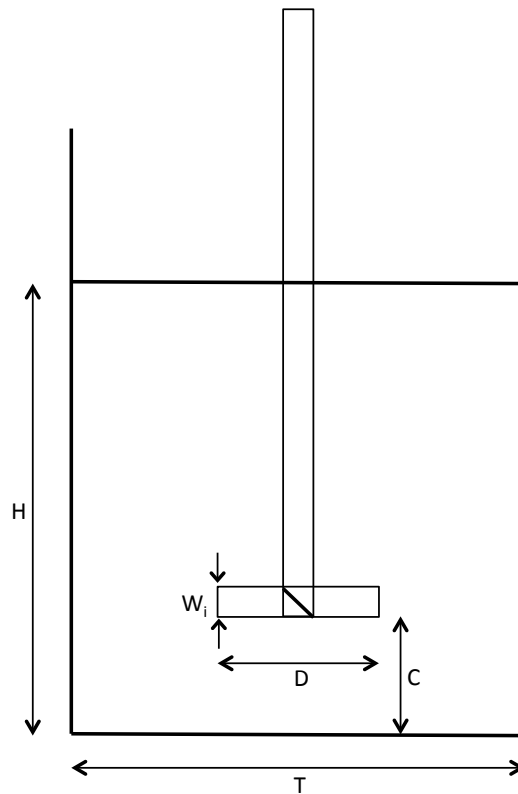


Figure 4.2: Cross section of the tank used for experimental investigation

Table 4.2: Experimental set-up dimensions

Dimension	Size (m)
Tank diameter, T	0.365
Liquid height, H	0.365
Impeller diameter, D	T/3 , T/2
Off-bottom clearance, C	T/5 , T/4 , T/3
Blade width, $W_i$	D/5
Blade thickness, e	D/100

The solid particles were glass beads (Potters Industries,  $\rho_s=2500\text{kg/m}^3$ ;  $d_p = 0.5$  and  $3\text{mm}$ ) with concentrations ranging from 10% to 35% w/w (6-25Vol%), leading to bed initial heights representing 11% to 44% of the liquid height. The use of 3mm beads allowed for a comparison of the experimental data with numerical results obtained with a model developed in our group (Blais et al., 2015a). The fluid used was a Newtonian glucose solution with a viscosity varying from 1 to 4 Pa.s. This reduced viscosity range was chosen to ensure that the suspension remains in early transitional regime ( $Re<350$ ), and to avoid extensive settling times. In all cases, the Stokes number ( $St = \rho_s d_p^2 N / 18\mu$ ) was between  $3.6 \cdot 10^{-5}$  and  $2.1 \cdot 10^{-2}$ , which means that the particles tended to follow the liquid streamlines.

#### 4.2.3.1 Measurement of $N_{js}$ using the pressure gauge technique

The pressure gauge technique measures the increase of the apparent density of the fluid as the particles become suspended. The weight of a particle sitting at the tank bottom is transferred to the fluid when this particle is suspended. This lift results in an increase of the hydrostatic head and is captured by a sensor positioned at the bottom of the tank, at a certain distance from the tank wall. This pressure increase  $\Delta P$  is proportional to the fraction of suspended solids, but also to the dynamic contribution of the kinetic energy. This latter contribution has to be removed from the measurements. Micale et al. (2002) consider that above  $N_{js}$ , only the dynamic component affects the pressure so that a parabola resulting from the dynamic pressure variations due to an impeller speed increase can be fitted and subtracted from the raw results. This procedure generates a corrected curve that reveals a plateau at  $\Delta P_{js}$ , from which the value of  $N_{js}$  can be

deduced (Figure 4.3). The fraction of suspended solids  $X_{\text{suspended}}$  at impeller speed  $N$  and corresponding pressure variation  $\Delta P$  is then equal to  $\Delta P/\Delta P_{js}$  as shown in Figure 4.4. The resulting curve can be modeled by an “S” shaped Weibull function. Note that the graphs of Figures 4.3 and 4.4 were obtained using the results of the current work. To our knowledge, it is the first time that the pressure gauge technique is used for viscous liquids. In particular, the plateaus shown in these two figures indicate that the method can be extended to laminar flows.

The degree of suspension was monitored by means of a pressure sensor (Freescale: MPX5010DP) with an accuracy of 5% over the full scale, and located at the bottom of the tank at some distance of the center and the wall. The acquisition card is a 10-bit microcontroller (ATmega 2560), the resolution of which is improved by an oversampling method (Kester, 2009). Starting at 30 rpm, the impeller speed was gradually increased by 25-rpm increments up to maximum value with no air entrapment. This maximum speed went from 500 rpm for the T/2 PBT, to 1200 rpm for the T/3 PBT, in the case of the 1Pa.s viscosity solution. The raw pressure measurements were collected via Labview software and were processed using the procedure described above.

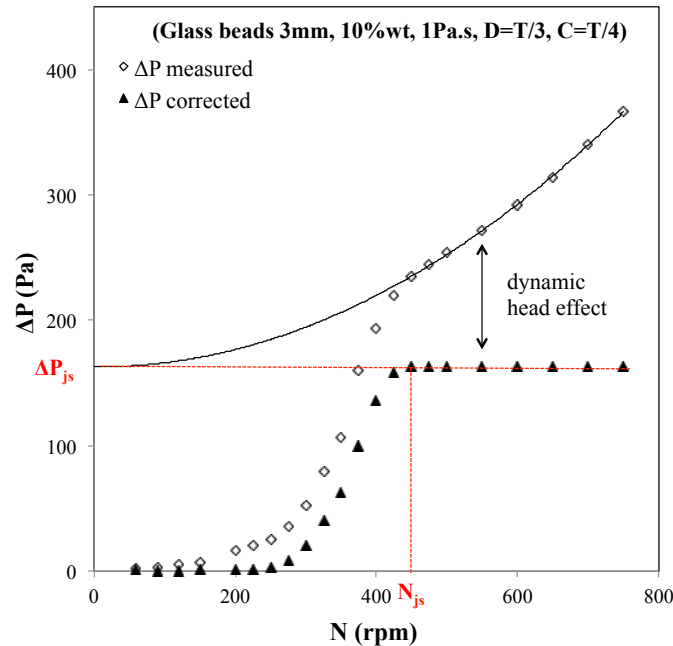


Figure 4.3: Bottom pressure increase and corrected bottom pressure, as a function of agitation speed

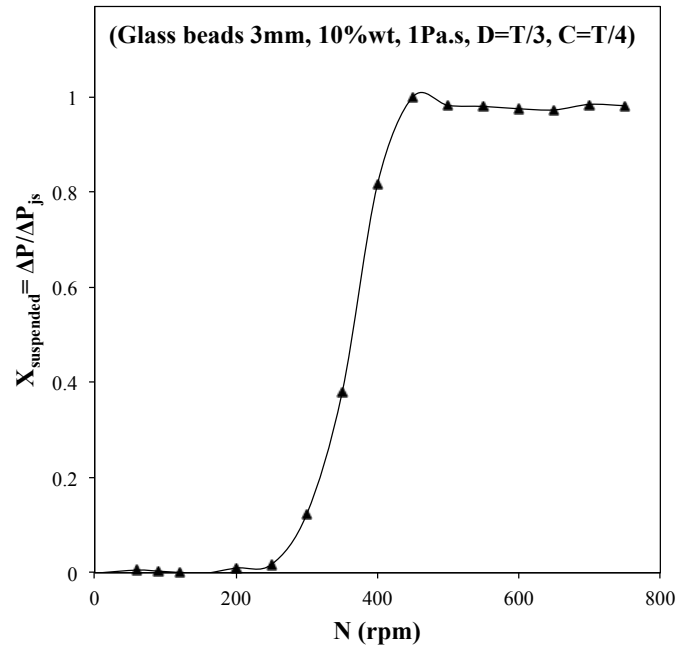


Figure 4.4: Fraction of suspended solids, as a function of agitation speed

#### 4.2.3.2 Measurement of the homogenization speed and time using Electrical Resistance Tomography

The homogenization speed and time were measured via electrical resistance tomography (ERT). The ERT apparatus is a commercial system (p2000+ from ITS, United-Kingdom) and consists in 4 planes of 16 electrodes ( $n_e=16$ ) uniformly distributed on the inner wall of the tank and in contact with the fluid. The electrodes are rounded stainless steel bolts positioned every 7.15 cm around the tank wall, and the spacing between each plane is 9cm. The device is completed by a data acquisition system. The automated calibration procedure built into the equipment was used to set the most appropriate parameters and yielded an electrical current of 1.5mA at 9,6kHz. Voltages were collected every 1500ms on each plane. The complete set-up is depicted in Figure 4.5.

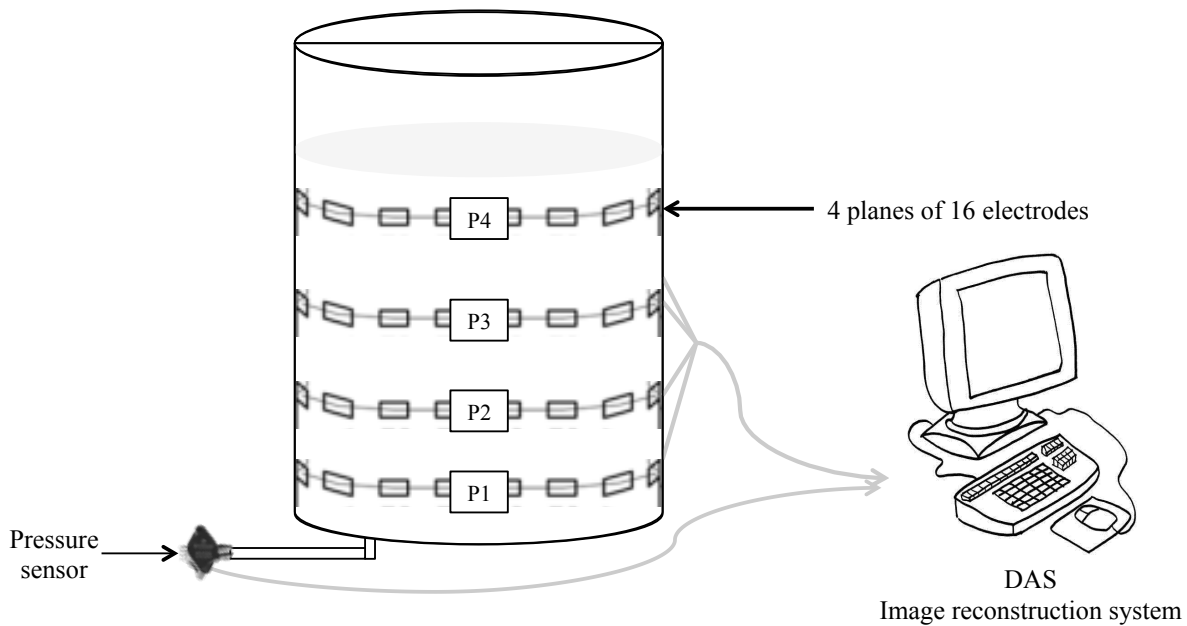


Figure 4.5: Complete experimental set-up

The ERT system transmits electrical current through one pair of adjacent electrodes and the resulting voltage is measured at the remaining electrode pairs. This procedure is repeated for the next pair of electrodes until all pairs have been solicited. It creates  $M_e = n_e(n_e - 3)/2 = 104$  independent measurements for each plane (Hosseini et al., 2010). As mentioned in the ITS documentation, the acquired electrical signal is processed by linear back projection to obtain the conductivity field (Xie, 1995; York, 2004). The average resistivity map obtained for each plane allows for the determination of  $N_H$  and  $t_H$ . Homogeneity is reached when the average resistivities measured on each plane level off to constant values.  $N_H$  is the impeller speed and  $t_H$  the time required to reach this state, as further explained in the next sub-section.

This ERT configuration offers a spatial resolution of 10% of the vessel diameter, which means the system cannot provide information for dimensions smaller than 3 cm (Giguère et al., 2008). However, an adequate estimation of the global particle distribution, and the detection of the time needed to reach homogeneity on a plane, can be achieved by resorting to average resistivity maps.

#### 4.2.3.3 Procedure for the determination of $N_H$ and $t_H$

To determine  $N_H$ , the impeller speed  $N$  was increased stepwise as was done for  $N_{js}$ . Note that the maximum speed reached in all experiments was high enough for the determination of  $N_H$  and  $t_H$ .

The raw resistivity values  $r$  were normalized by the initial resistivity  $r_0$ ,  $R = r/r_0 - 1$ , and plotted as a function of impeller speed for each plane, as illustrated in Figure 4.6. To obtain the homogenization speed, a homogeneity percentage was calculated based on the variation of the slopes of the corresponding curves. More precisely, for each plane  $j$ , impeller speed  $N_i$ , and corresponding resistivity  $R_{i,j}$ , the slope  $s_{ij}$  was calculated as follows:

$$s_{ij} = \frac{R_{i+1,j} - R_{i,j}}{(N_{i+1} - N_i)} \quad 4-2$$

A measure of the level of homogeneity attained at impeller speed  $N_i$  was then evaluated and normalized by its maximum value at  $N_{i,max}$ :

$$\%H_k = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^4 s_{ij}}{\sum_{i=1}^{i,max} \sum_{j=1}^4 s_{ij}} * 100 \quad 4-3$$

An example of a %H vs N curve is given in Figure 4.7, where  $N_H$  is defined as the impeller speed at which %H=95%. Higher values, such as 99%, could be required for a specific process, but this would lead to a higher value of  $N_H$ . Note that we observed in this work that values lower than 95% could yield  $N_H < N_{js}$ , owing to particles remaining at the bottom of the tank at this speed. Obviously, this does not make sense in practice and this is why 95% was selected.

Once  $N_H$  was determined, the impeller was stopped and the particles were allowed to settle all the way to the bottom of the tank. After complete settling, the impeller speed was set at  $N_H$  and the homogenization time  $t_H$  was evaluated using the resistivity measurements, following the same approach as that used for the determination of  $N_H$ . This is illustrated in Figure 4.8.

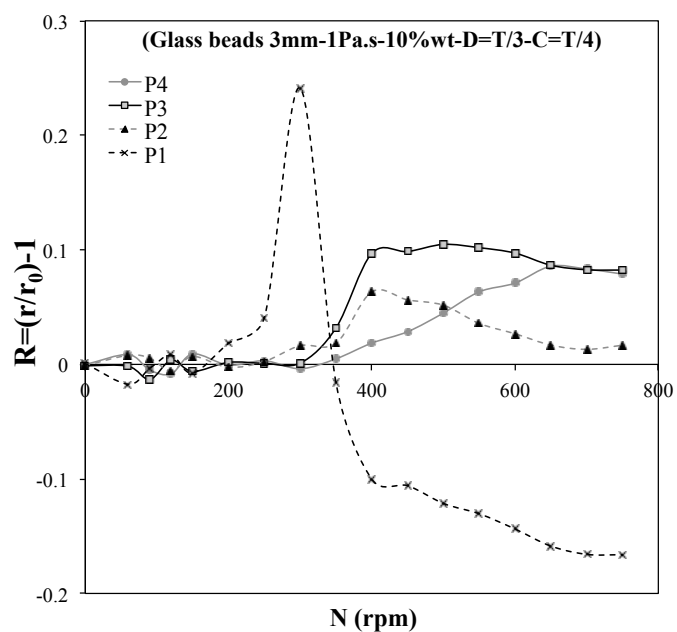


Figure 4.6: Determination of  $N_H$ : normalized resistivity as a function of impeller speed on every plane

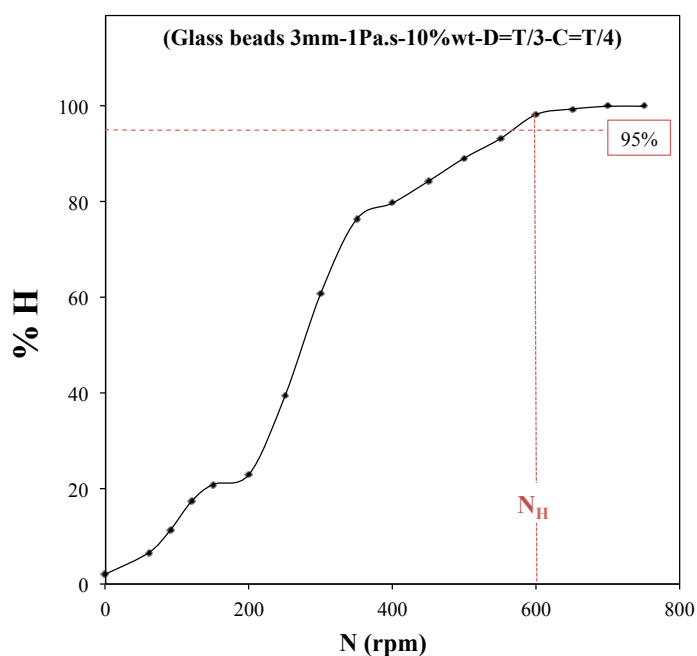


Figure 4.7: Determination of  $N_H$ : level of homogeneity attained as a function of impeller speed

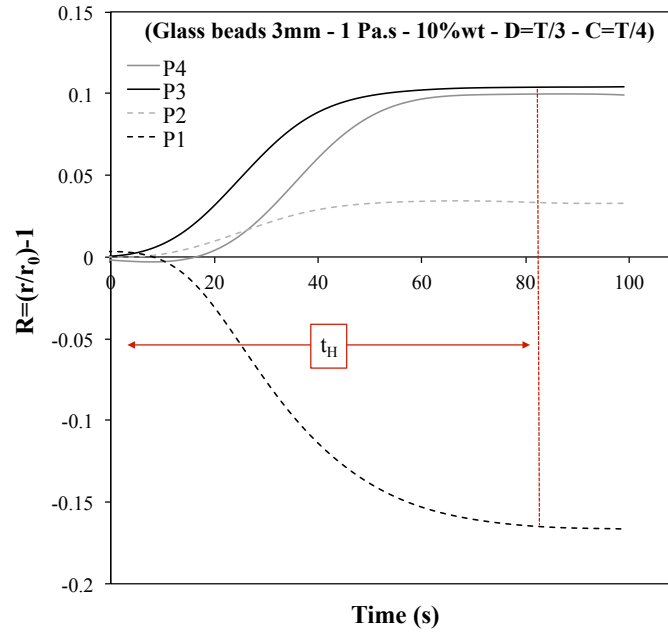


Figure 4.8: Determination of  $t_H$  using value of normalized resistivity as a function of time on every plane.

#### 4.2.3.4 Measurement of cloud height and torque

The cloud height was obtained by visual observation and the torque was measured using a high-frequency torque meter (Ono Sokki detector: SS-050, 0 to 5 N.m,  $\pm 0.05$  N.m).

#### 4.2.3.5 Statistical analysis

To assess the effect of every factor ( $d_p$ ,  $\mu$ ,  $X_w$ ,  $C$  and  $D$ ) and their interactions, considering 2 modalities for  $d_p$  and  $D$ , and 3 modalities for  $\mu$ ,  $X_w$ , and  $C$ , and using a complete design of experiments (DoE), would require 108 experiments. Consequently, an I-optimal DoE involving 32 runs was considered. Statistic software JMP was used to determine the most significant factors and build a model for the prediction of  $N_{js}$ ,  $N_H$  and  $t_H$ . Table 4.3 presents the modalities investigated for each factor. The values of the 5 factors for each of the 32 experiments are given in Table 4.4.



Table 4.3: I-optimal DoE modalities

Parameter	-	0	+
$d_p$ (mm)	0.5	-	3
$\mu$ (Pa.s)	1	2.5	4
$X_w$ (wt%)	10	22.5	35
C	T/5	T/4	T/3
D	T/3	-	T/2

#### 4.2.4 Results and discussion

The reproducibility of the experiments is first assessed for the PGT and ERT. Then, the results of the I-optimal design of experiments are presented, and the effects of the 5 factors investigated on  $N_{js}$ ,  $N_H$ , and  $t_H$ , are discussed.

##### 4.2.4.1 Reproducibility

To evaluate the reproducibility of the PGT and ERT, 3 tests of the same experiment were realized and processed. Figures 4.9 and 4.10 present respectively the fraction of suspended particles  $X_{suspended}$  and the level of homogeneity %H for the three runs. A good reproducibility can be observed with a standard deviation  $\sigma$  of 3.3% (PGT) and 0.45% (ERT) on average for the higher impeller speeds ( $N > 350$ rpm). The error bars represent 95% confidence intervals (average value  $\pm 1.96 \cdot \sigma$ ).

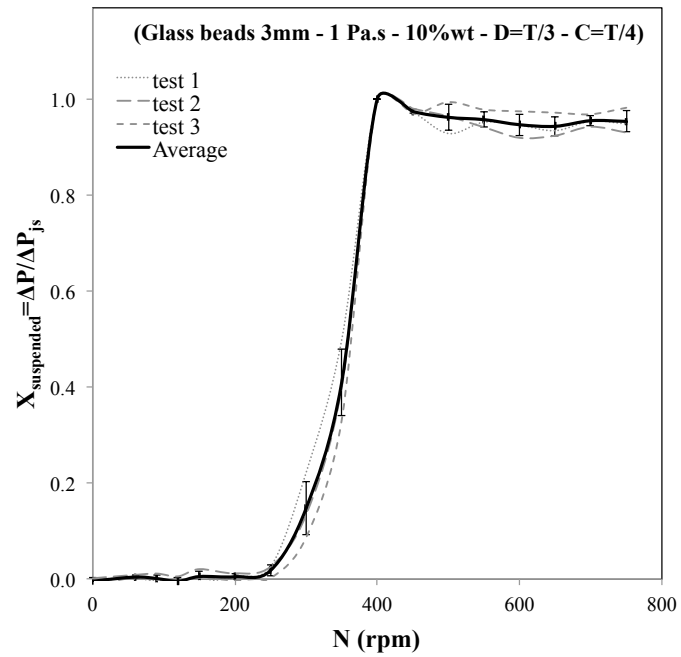


Figure 4.9: Reproducibility tests for the pressure measurements with PGT

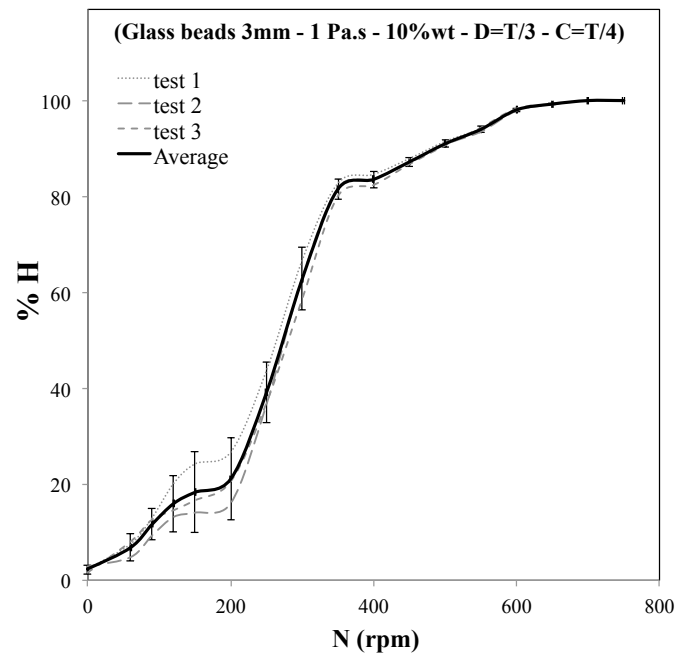


Figure 4.10: Reproducibility tests for the level of homogeneity measurements with ERT

#### 4.2.4.2 Experimental data set

All the data collected in each experiment, with the exception of the torque measurements, can be superimposed on a single plot:  $\Delta P/\Delta P_{js}$  for the normalized pressure, the normalized cloud height  $CH/H$ , and %H for the level of homogeneity. This is illustrated in Figure 4.11. In this particular case, it can be observed that below  $N_0=175\text{rpm}$ , the particle bed is but slightly altered with the formation of a cone of particles under the impeller and the dispersion of a small amount of isolated particles in the bulk of the tank. This zone appears to be isolated from the rest of the agitated vessel. Above 175rpm, increasing the velocity of the impeller leads to a sharp increase in the fraction of suspended solids, the cloud height and the level of homogeneity. This indicates a sudden and massive lifting of the particles, which is accompanied by a drastic change in the mixing dynamics observed during the experiment. More precisely, the particles, the motion of which is first confined to a conical region under the impeller, eventually escape the bed and ascend along the tank wall. Figure 4.11 shows that, as the impeller speed is steadily ramped up, the 3 curves level off to constant values. It can be seen that  $N_{js}$  is reached at 250 rpm, the particles reach the surface at 275 rpm and the level of homogeneity attains the 95% threshold at  $N_H=325\text{rpm}$ . This procedure was repeated for all of the 32 experiments of the I-optimal DoE.

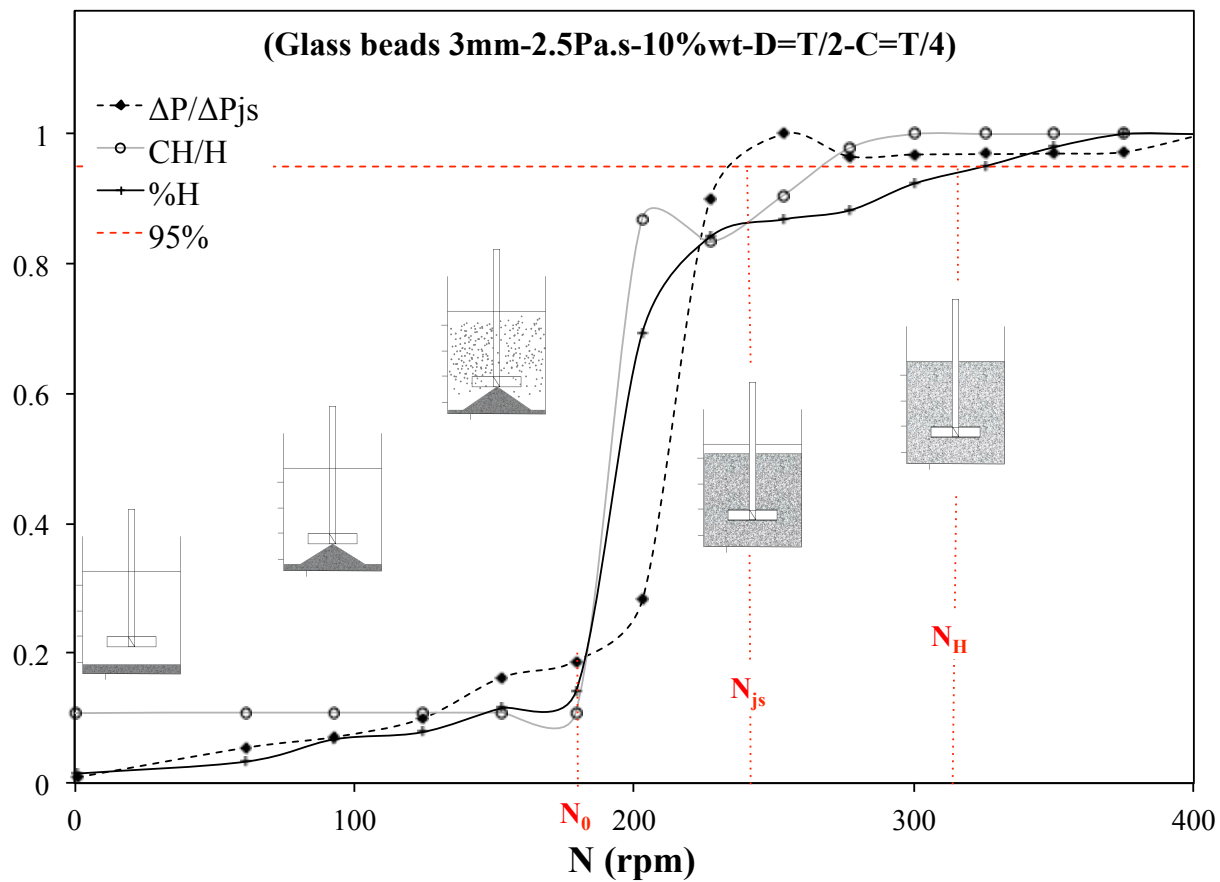


Figure 4.11: Global behavior of the mixing system

#### 4.2.4.3 Statistical analysis and discussion

The 32-run I-optimal DoE and the corresponding responses are presented in Table 4.4. Based on these results, models were derived (Table 4.5). The models for  $N_{js}$  and  $N_H$  show a good agreement with the experiments with 10.3% and 15.2% relative error, respectively; whereas the model for  $N_{H,tH}$  is not as accurate (59.2% relative error). All these results are discussed in detail in the following section.

Table 4.4: I-optimal DoE results

$d_p$	$\mu$	$X_w$	C	D	$N_{js}$ (rpm)	$N_H$ (rpm)	$t_H$ (s)	$N_H \cdot t_H$
-	-	-	-	+	250	275	689	3158
-	-	-	+	-	500	525	1065	9319
-	-	0	0	-	475	725	194	2344
-	-	-	0	+	250	275	518	2374
-	-	+	-	-	800	1000	553	9217
-	-	+	+	+	275	275	557	2553
-	0	-	0	-	575	575	197	1888
-	0	0	-	-	525	850	247	3499
-	0	0	-	+	275	350	303	1768
-	0	0	+	+	300	300	584	2920
-	0	+	+	+	250	400	138	920
-	0	+	+	-	525	725	285	3444
-	+	-	-	-	425	700	466	5437
-	+	-	+	+	250	250	1016	4233
-	+	0	+	-	575	600	635	6350
-	+	+	-	+	350	475	231	1829
-	+	+	0	-	575	900	282	4230
+	-	-	-	-	450	800	62	827
+	-	-	+	+	425	450	144	1080
+	-	0	0	-	425	725	76	918
+	-	+	-	+	225	325	47	255
+	-	+	+	-	450	1000	53	883
+	0	-	0	+	250	325	76	412
+	0	0	-	-	450	1200	79	1053
+	0	0	0	+	225	400	91	607
+	0	0	+	-	425	800	64	853
+	0	+	0	-	450	1200	80	1067
+	+	-	-	+	275	350	101	589
+	+	-	+	-	400	525	164	1435
+	+	0	0	+	250	425	91	645
+	+	+	-	-	350	750	122	1525
+	+	+	+	+	225	275	228	1045

-, 0 and + refer to the values given in Table 4.3

Table 4.5: DoE prediction models

Parameter	Model	Relative error (%)
$N_{js}$	$714_{(\pm 351)} - 1344_{(\pm 462)} \frac{D}{T} - 98_{(\pm 51)} d_p + 293_{(\pm 89)} \frac{D}{T} d_p - 2.2_{(\pm 0.7)} X_w d_p$ $- 34_{(\pm 13)} \frac{C}{T} X_w - 21_{(\pm 9)} \frac{D}{T} X_w - 14_{(\pm 6)} \mu + 22_{(\pm 9)} X_w + 761_{(\pm 382)} \frac{C}{T}$	10
$N_H$	$1142_{(\pm 312)} - 1279_{(\pm 673)} \frac{D}{T} + 32_{(\pm 11)} X_w - 60_{(\pm 19)} \frac{D}{T} X_w + 34_{(\pm 14)} d_p - 945_{(\pm 362)} \frac{C}{T}$	15
$N_H * t_H$	$2.7 * 10^4_{(\pm 5.1 * 10^3)} - 1.8 * 10^4_{(\pm 7.2 * 10^3)} \frac{D}{T} - 3.4 * 10^3_{(\pm 1.2 * 10^3)} d_p$ $+ 5.5 * 10^3_{(\pm 2.5 * 10^3)} \frac{D}{T} d_p - 1.4 * 10^5_{(\pm 4.5 * 10^3)} \frac{C}{T} + 211_{(\pm 25)} X_w$	59

### Just-suspended speed, $N_{js}$

Figure 4.12 compares the values of  $N_{js}$  measured for the 32 experiments described in Table 4.4 to those predicted by the Zwietering correlation and the model of this work (Table 4.5). The values of S chosen for the correlation are given in Table 4.6 as a function of  $D/T$  and  $C/T$  (Ayranci, 2012).

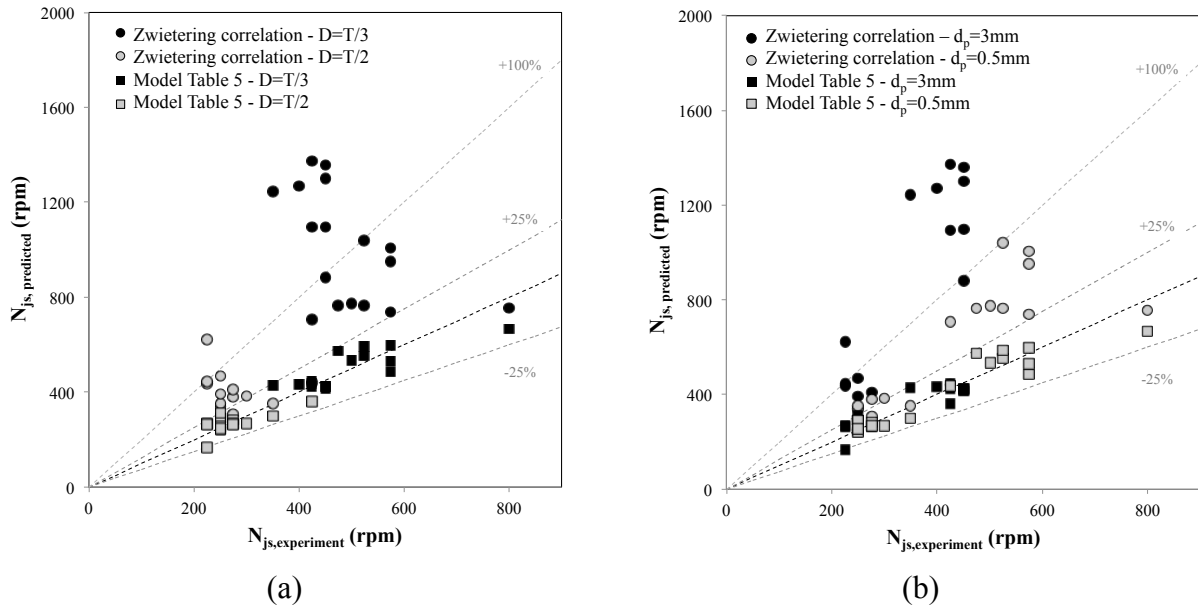


Figure 4.12: Comparison of the  $N_{js}$  values predicted by the Zwietering correlation and the model of Table 4.5 to the experimental data (a) effect of  $D/T$ ; (b) effect of  $d$

Table 4.6: Values of  $S$  chosen for the Zwietering correlation as a function of  $D/T$  and  $C/T$

<b>D</b>	<b>C</b>	<b>S</b>
T/2	T/3	3.4
	T/4	2.77
	T/5	2.72
T/3	T/3	7.15
	T/4	6.18
	T/5	5.75

It can be readily observed that, while the adequacy of the model derived in this work is good, the Zwietering correlation deviates strongly and in an irregular manner from the experimental data. More precisely, it over-estimates  $N_{js}$  significantly, all the more so when  $D=T/3$  (Figure 4.12a) or for the 3-mm particles (Figure 4.12b). In this latter case, such an overestimation has also been reported by Tamburini et al. (2014) for top-covered unbaffled tanks in the transitional regime. Our results also indicate that there is no clean trend as regards the impact of  $X_w$ ,  $\mu$  and  $C/T$  on the accuracy of the Zwietering correlation for non-dilute concentrations of particles in viscous liquids. Figure 4.12a shows that  $N_{js}$  decreases with an increase of  $D/T$ , which is intuitive and has been noticed in previous investigations (Ibrahim & Nienow, 1999; Jafari, Chaouki, et al., 2012).

It is also of interest to compare the effect of an increase of each of the 3 physical properties ( $d_p$ ,  $\mu$ ,  $X_w$ ) on the value of  $N_{js}$ , as predicted by the Zwietering correlation and the model of the present work. Table 4.7 shows completely opposite trends, with the exception of  $X_w$  in the case of small particles. Note that choosing different values of  $S$  did not change the results of this table. Such discrepancies, which may come as a surprise, are now analyzed in depth.

Table 4.7: Comparison of the factor contributions to  $N_{js}$  for Zwietering correlation and the model of Table 4.5

	$d_p$	$\mu$	$X_w$
Zwietering	+	+	+
Present work	-	-	+ for small $d_p$ - for large $d_p$

- + Positive contribution implies an increase in  $N_{js}$  with an increase of the factor
- Negative contribution implies a decrease in  $N_{js}$  with an increase of the factor

Our results indicate that large particles are more easily suspended, which is in opposition to the Zwietering correlation and recent work by Tamburini et al. (2014) who concluded that  $N_{js}$  does not depend on the particle diameter for unbaffled tanks. To support our results, an analysis of the forces in action is made, as illustrated in Figure 4.13. In the turbulent regime, the lift force on resting particles is governed by the gravity ( $\vec{g}$ ), the buoyancy ( $\vec{b}$ ), the particle-particle friction ( $\vec{c}$ ), the force ( $\vec{f}$ ) due to the liquid flow around the particles, the components of which are the drag and lift forces, and by the burst of turbulent eddies behind these particles (Ayranci et al., 2012; Southard, 2011). By opposition, in the laminar and early transitional regimes, the viscous forces become more and more predominant as the Reynolds number decreases, which alters significantly the suspension mechanism.

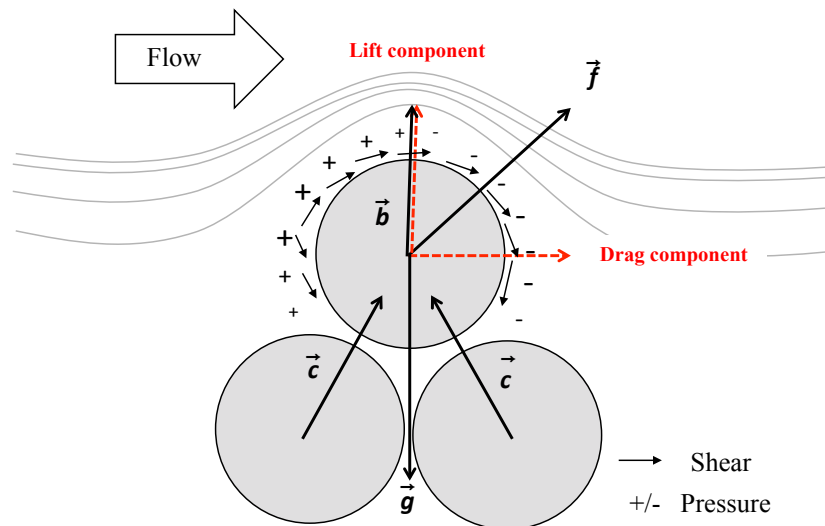


Figure 4.13: Forces in action for particles in viscous fluid

In the turbulent regime, eddies are the main thrust for the lifting of the particles at the bottom of the vessel. In a viscous liquid, such lifting is mainly controlled by the shear and the pressure applied at the surface of the particles (Southard, 2011). This mechanism is comparable to an erosion phenomenon. Drag forces are prominent and the Kolmogorov energy cascade non-existent (Pope, 2000). Consequently, the larger the contact surface, the easier it is to erode the particles resting at the top of the bed. Leighton and Acrivos (1986) reported that particle lifting is attributed “to a shear-induced diffusion balancing the downward settling flux”. They stated that a critical shear stress  $\tau_{cr}$  is required to trigger the resuspension mechanism and that this critical value is inversely proportional to the particle diameter. The Shields number



$\theta = \mu \dot{\gamma} / g(\rho_s - \rho_l) d_p$ , where  $\dot{\gamma}$  is the shear rate, gives the ratio of the shear stress to the apparent weight of a particle, and can be used here to characterize the erosion of the particle bed. This dimensionless number was used by Derksen (2012) to investigate the suspension of particles in a stirred tank in the turbulent regime. Leighton and Acrivos (1986) showed that the expansion of a bed, which is directly proportional to the resuspended fraction of solids, increases with  $\theta$ . Replacing  $\dot{\gamma}$  by  $N$  in the definition of  $\theta$ , one should then expect that the intensity of the erosion mechanism taking place in a stirred tank is directly proportional to the liquid viscosity  $\mu$  and the impeller speed  $N$ , and inversely proportional to the particle size  $d_p$ . While this is precisely what is evidenced by our model in Table 4.7 for  $\mu$  and  $N$ , the opposite trend can be noticed for  $d_p$ . As just mentioned, the critical shear stress  $\tau_{cr}$ , above which the erosion of the bed is triggered, is expected to decrease when  $d_p$  increases, by analogy with what was observed by Leighton and Acrivos (1986). This means that a smaller critical Shields number  $\theta_{cr}$  must be overcome in the case of 3-mm particles, which may explain why lower value of  $N_{js}$  are obtained for this particular size. This suggests that the mechanism of suspension in the laminar and early transitional regimes should be considered more like an erosion phenomenon than a particle pick-up, the latter of which has been suggested for turbulent solid-liquid systems (Ayranci et al., 2012; Thorpe & Stevenson, 2003).

Table 4.7 also highlights that the effect of  $X_w$  is more complex and depends, in part, on the particle size. The Zwietering correlation predicts an increase of  $N_{js}$  when the concentration of particles is increased. On the other hand, our model and the experimental data of this work show the opposite trend when the particles are large. One way to shed light on this behavior is to look more closely at the dynamics of erosion of the bed as was observed during our experiments.

At the onset of erosion, the impeller speed and the distance between the top of the bed and the impeller, the so-called apparent clearance, are denoted by  $N_0$  (see Figure 4.11) and  $C_{app,0}$ . The first layers of particles then gets eroded, which leads to an increase of  $C_{app}$  from  $C_{app,0}$  to  $C_{app,1}$  before an equilibrium is reached (Figures 4.14a and 4.14b). At this point, the eroded particles are suspended in the viscous liquid and may collide with the bed of particles as they are dragged by this liquid (Figure 4.14b). The erosion of the bed of other layers of particles can then be achieved by increasing the impeller speed to  $N_1$  before another equilibrium is attained, thereby enlarging the apparent clearance to  $C_{app,2}$  (Figure 4.14c). This can be repeated all the way down to one single layer of particles remaining at the bottom of the vessel, at which point  $C_{app}$  becomes equal

to the real clearance  $C$ . The suspension of these particles can then take place by increasing impeller speed to what is obviously the just suspended speed  $N_{js}$  (Figure 4.14d). During the experiments, the surface of the eroding bed did not remain flat but deformed to generate a conical region of particles underneath the impeller, as discussed at the beginning of Section 3 (Figure 4.11) and displayed in the schematics of Figure 4.14 and the picture of Figure 4.15. Note that the size of this cone decreased with the increase of the impeller speed, its particles getting suspended in the liquid.

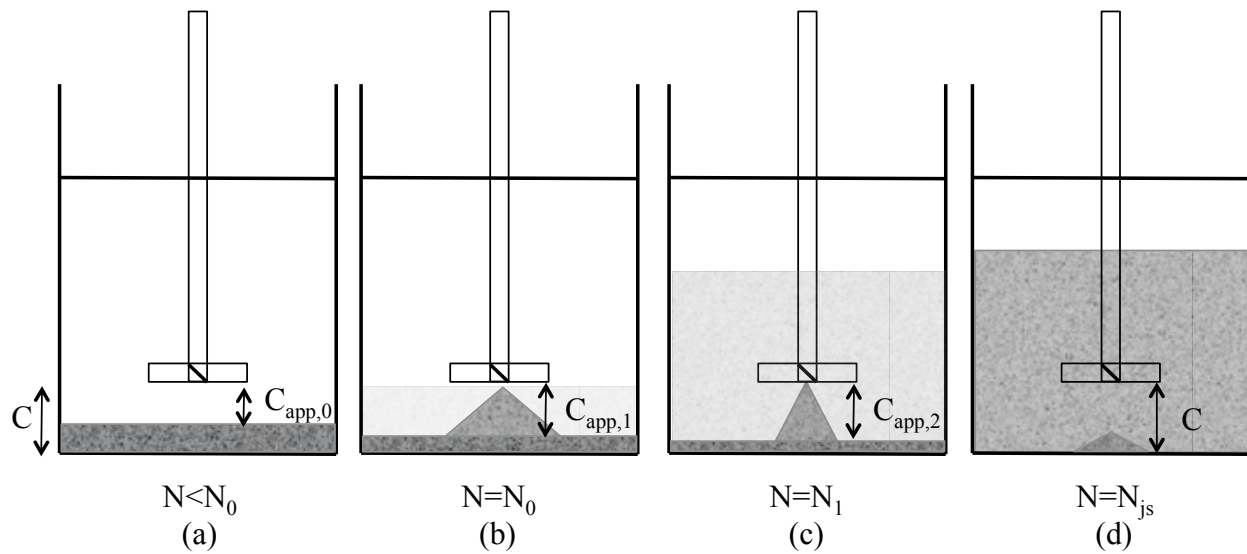


Figure 4.14: Schematic representations of the dynamics of the erosion of the bed of particles

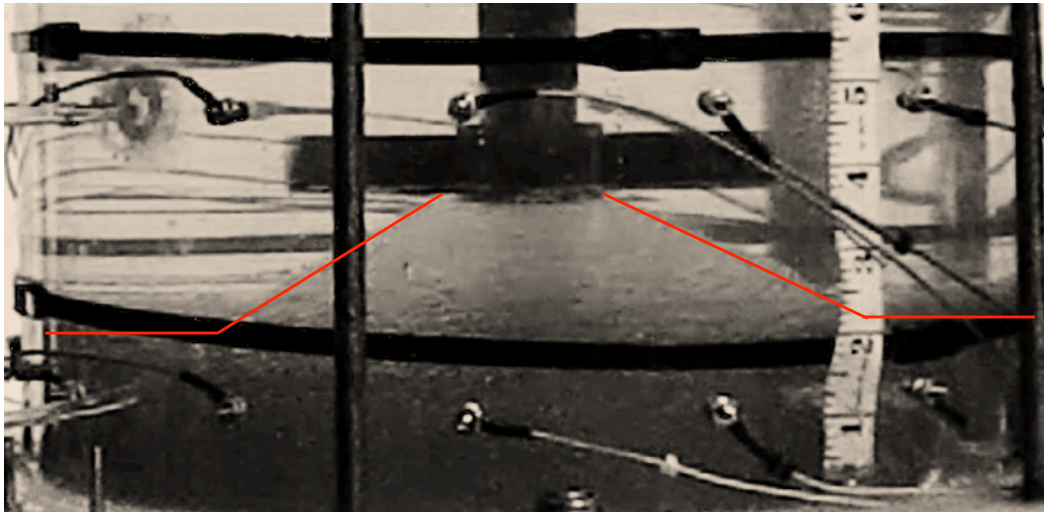


Figure 4.15: Picture of the cone of particles observed underneath the impeller

The dynamics of erosion of the bed of particles can now help understand better the effect of  $X_w$  on  $N_{js}$  predicted by our model. This effect is believed to be in fact a combination of many factors including the gradual increase of the apparent clearance, the evolution of the apparent viscosity caused by the suspension of an increasing number of particles, and the collision of suspended particles on the bed of remaining particles. The interplay of these 3 phenomena and the underlying impact on the hydrodynamics prevailing in the vessel in all likelihood depend on the concentration and the size of the particles, which would explain, at least in part, the two-fold effect of  $X_w$  on  $N_{js}$  reported in Table 4.7. Quite clearly, more work is needed to confirm these explanations. As this entails looking into the detailed flow behavior of both the particles and the liquid phase, such an investigation will be done using our CFD-DEM code and reported in a forthcoming paper (Blais & Bertrand, 2015).

#### Homogenization speed, $N_H$

Figure 4.16a shows that the values of  $N_H$  measured for the 32 experiments described in Table 4.4 can be well predicted by the model given in Table 4.5. One can also notice that  $D/T$  has a significant impact on  $N_H$ . This comes from the fact that the energy delivered per impeller rotation by the large turbine ( $D=T/2$ ) is much higher, thus reducing the impeller speed required to distribute uniformly the particles in the vessel. Figure 4.16b indicates that the larger  $X_w$ , the larger the value of  $N_H$ , all the more so when  $D/T$  is small. This is of course not surprising as more important quantities of particles then need to be homogenized with a smaller capacity turbine (Jafari, Tanguy, et al., 2012b). Moreover, as already discussed in the case of  $N_{js}$ , the rheological behavior of the suspension may hinder to some extent the uniform distribution of the particles by forming a cavern around the impeller or creating poor mixing zones.

The impact of the other factors on  $N_H$  is not as clear-cut. For one, each category of points taken as a whole in Figure 4.16c is regrouped in a way that suggests an increase of  $N_H$  with a decrease of  $C/T$ , at least with the smaller turbine. This complies with the work of Jafari et al. (2012a) in the turbulent regime. Next, it can be observed in Figure 4.16d that the larger 3-mm particles are more difficult to distribute. As mentioned in Section 2, the Stokes numbers related to the suspensions of this work are small ( $<10^{-2}$ ), so that the particles tend *a priori* to follow the liquid streamlines. However, the Archimedes number ( $Ar = gd_p^3\rho_l(\rho_s - \rho_l)/\mu^2$ ) of the 3-mm particle is 216 times larger than that of the 0.5-mm particle, meaning that its tendency to settle out of the

suspending liquid and head for the bottom of the vessel is significantly greater. In other words, the larger particles are easier to extract from the bed, owing to a smaller value of  $N_{js}$ , but more difficult to drag all the way to the surface of the vessel once they get suspended. Finally, no trend could be established as regards the effect of the liquid viscosity on  $N_H$ , which can be attributed to the complex two-way coupling between the particles and the liquid.

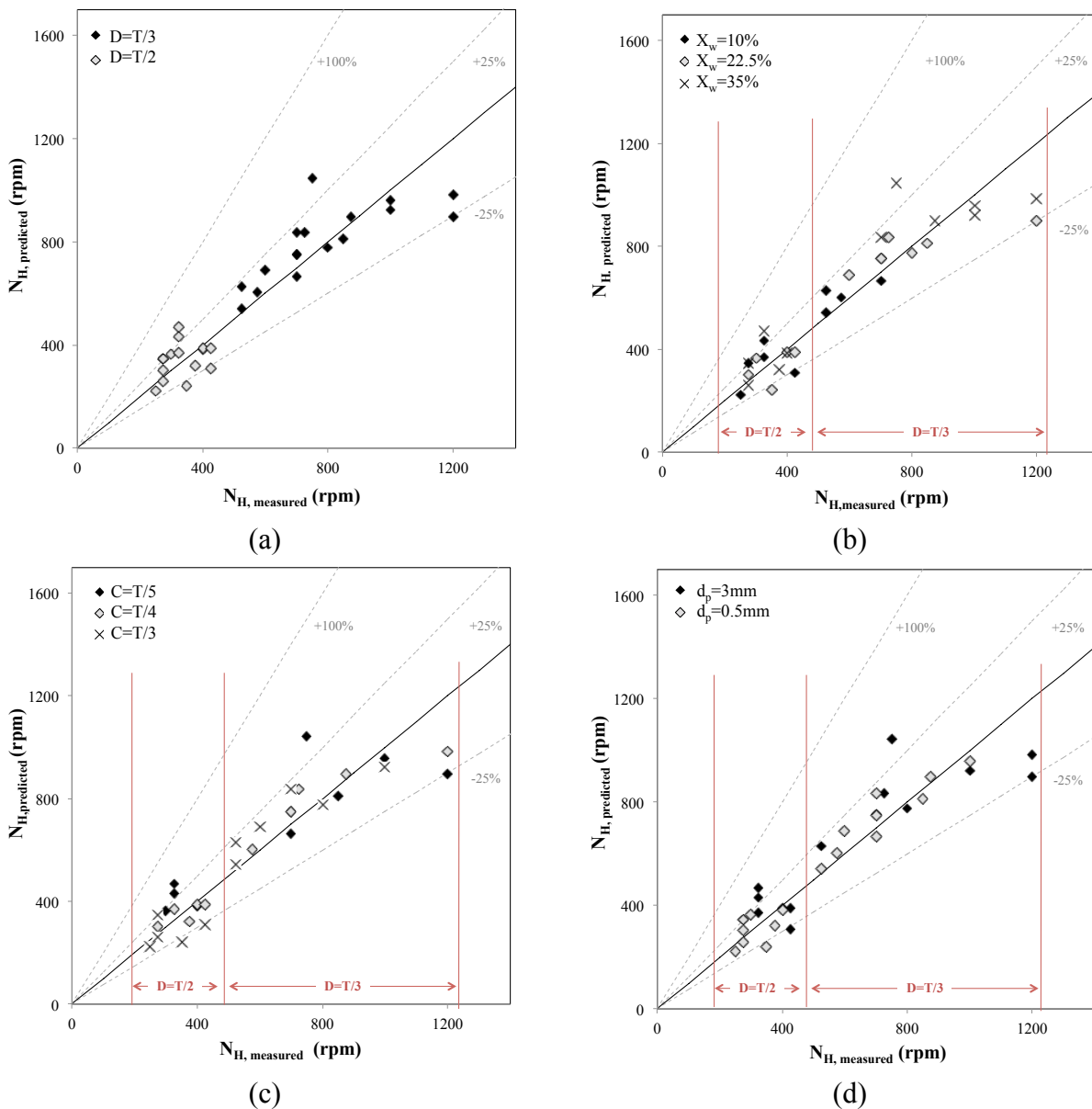


Figure 4.16: Comparison of the  $N_H$  values predicted by the model of Table 4.5 to the experimental data: (a) effect of  $D/T$ , (b) effect of  $X_w$ , (c) effect of  $C/T$ , and (d) effect of  $d_p$

Homogenization time,  $t_H$

It can be readily seen in Figure 4.17 that there are large discrepancies between the values of the dimensionless homogenization time measured by ERT and predicted by the model of Table 4.5, the gap exceeding 100% in some cases. This is due to the rather poor accuracy of this model, contrary to those obtained for  $N_{js}$  and  $N_H$ , which suggests that the homogenization time cannot be expressed as easily as a function of the 5 factors investigated in this work, owing to either complex interactions among these factors or the lack of sensitivity of some of them in this regard. A closer look at the results of Figure 4.17 failed to reveal correlations between the magnitude of the error and the values of specific factors. However, Figures 4.17a and 4.17b show that  $N_H * t_H$  is larger for the smaller turbine and the larger particles. The effect of  $D/T$  complies with what was observed for  $N_H$  and  $N_{js}$ , and can be related to the increased power transferred to the system by the larger impeller at a given impeller speed. The effect of the particle size on the dimensionless homogenization time can be understood by breaking down this time into two components: (1) the erosion time, or the time needed to completely suspend the bed of particles, as discussed in the subsection on  $N_{js}$ , and which was measured by the PGT, and (2) the additional time to bring these suspended particles to the liquid surface, which was evaluated by ERT. Figure 4.18 compares the PGT-based erosion time to the ERT-based homogenization time. Interestingly, the two values are close, meaning that once the particles are suspended, the time required to distribute them uniformly in the tank is relatively small, as long, of course, as the impeller speed is set to  $N_H$ . For instance, the example of Figure 4.18 shows that only a few seconds indeed suffice. This also explains why the effects of the particle size on  $N_H * t_H$  (Figure 4.17b) and on  $N_{js}$  (Figure 4.12b) are similar.

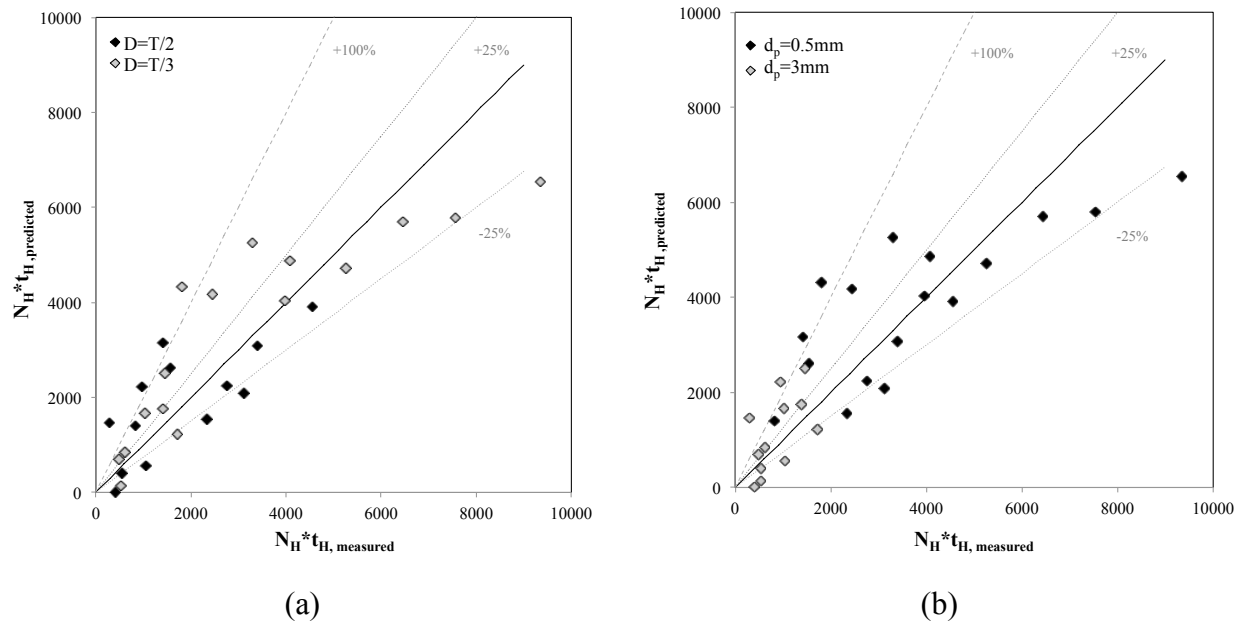


Figure 4.17: Comparison of the dimensionless homogenization time predicted by the model of Table 4.5 to experimental data: (a) effect of  $D/T$ , and (b) effect of  $d_p$

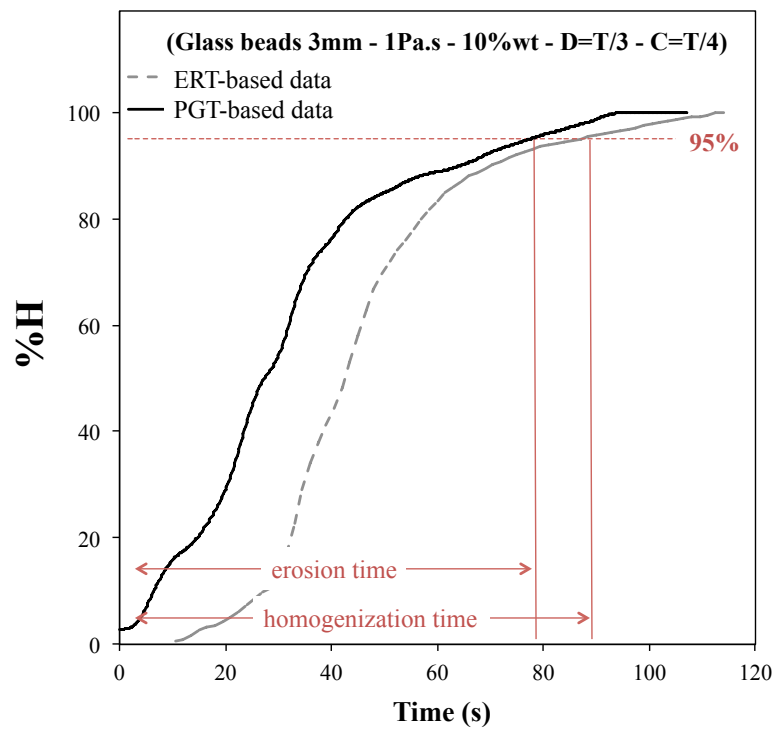


Figure 4.18: Comparison between the PGT-based erosion time and the ERT-based homogenization time

#### 4.2.5 Conclusion

The combination of ERT and the PGT for the characterization of non-dilute suspensions in viscous liquids in the laminar and early transitional regimes allowed to gain insight on the behaviour of  $N_{js}$ ,  $N_H$ , and  $t_H$  for a stirred tank equipped with a pitched blade turbine. Based on the results obtained, prediction models were developed to investigate the effect on  $N_{js}$ ,  $N_H$ , and  $t_H$  of physical properties  $d_p$ ,  $X_w$  and  $\mu$ , as well as geometrical factors  $D/T$  and  $C/T$ . The following conclusions were drawn:

- $D/T$  has a strong impact on  $N_{js}$ ,  $N_H$ , and the dimensionless homogenization time  $N_H * t_H$ , an increase in  $D$  leading to a significant decrease of these quantities;
- The behavior of  $N_{js}$  was shown to be different than that reported for the turbulent regime based on the Zwietering correlation. For instance, we observed that an increase of either  $d_p$  or  $\mu$  leads to a decrease of  $N_{js}$ , contrary to what is predicted by this correlation. In addition, the impact of  $X_w$  was shown to be more complex than what it predicts, as it depends on the particle size  $d_p$ ;
- As the main forces acting on the resting particles at the bottom of the tank are the pressure and the shear stress, the suspension mechanism was viewed as that governing the erosion of a bed of particles. It follows that the effects of  $d_p$  and  $\mu$  on  $N_{js}$  are similar to those reported in the case of viscous resuspension by Leighton and Acrivos (1986);
- While the effects of  $D/T$ ,  $X_w$ ,  $C/T$  and  $d_p$  on  $N_H$  were not as obvious, they were found to comply with what has already been reported for the turbulent regime. The homogenization of the particles is easier with large impellers and large clearances, whereas it is hindered when large particles or large concentrations are considered. No conclusion could be drawn about  $\mu$ ;
- The homogenization process at a constant impeller speed can be divided into two phases: the first one is characterized by an erosion time and captured by the evolution of the pressure at the bottom of the vessel, as monitored by the PGT, and the second one corresponds to the time required to distribute the particles once they have been suspended, as determined by ERT. The erosion time, which was observed to be the time necessary to suspend the particles, is the critical step for the homogenization time  $t_H$ .

The results of this work bring insight into the mixing of viscous liquids and non-dilute concentrations of particles in stirred tanks. They also provide the impetus for additional experimental, theoretical and modeling work. In particular, a wider range of viscosities would allow for a better understanding of the effect of this factor. The effect of the particle size distribution and density, as well as that of the fluid rheology would also need to be addressed. Besides, the comparison of different impellers, and the development of alternate correlations based on both experimentation and the use of our CFD-DEM model have already started.

#### 4.2.6 Acknowledgments

The authors would like to thank the Natural Sciences and Engineering Research Council for the financial support, and Dr. Inci Ayranci for insightful discussions.

#### 4.2.7 References

- Alizadeh, E., Bertrand, F., & Chaouki, J. (2014). Comparison of DEM results and Lagrangian experimental data for the flow and mixing of granules in a rotating drum. *AIChE Journal*, 60(1), 60-75.
- Alvarez, M. M., Guzmána, A., & Elíasb, M. (2005). Experimental visualization of mixing pathologies in laminar stirred tank bioreactors. *Chemical Engineering Science*, 60(8-9), 2449-2457.
- Armenante, P. M., & Nagamine, E. U. (1998). Effect of low off-bottom impeller clearance on the minimum agitation speed for complete suspension of solids in stirred tanks. *Chemical Engineering Science*, 53(9), 1757-1775.
- Atiemo-Obeng, V. A., Penney, W. R., & Armenante, P. M. (2004). Solid-Liquid Mixing *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 543-584): E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, S. M. Kresta.
- Ayranci, I., & Kresta, S. M. (2011). Design rules for suspending concentrated mixtures of solids in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 89(10), 1961-1971.
- Ayranci, I. (2012). *Suspension of Mixtures of Solids in Stirred Tanks: Problem Definition and Model Identification, PhD Thesis*. University of Alberta, Edmonton, Alberta.
- Ayranci, I., Machado, M. B., Madej, A. M., Derksen, J. J., Nobes, D. S., & Kresta, S. M. (2012). Effect of geometry on the mechanisms for off-bottom solids suspension in a stirred tank. *Chemical Engineering Science*, 79, 163-176. c43
- Ayranci, I., & Kresta, S. M. (2013). Critical analysis of Zwietering correlation for solids suspension in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 92, 413-422.



- Ayranci, I., Ng, T., Etchells, A. W., & Kresta, S. M. (2013). Prediction of just suspended speed for mixed slurries at high solids loadings. *Chemical Engineering Research and Design*, 91(2), 227-233.
- Bakker, A., Fasano, J. B., & Myers, K. J. (1994). Effects of flow pattern on solid distribution in a stirred tank. *ICHEME Symp Series*, 136, 1-8.
- Barresi, A., & Baldi, G. (1987). Solid dispersion in an agitated vessel. *Chemical Engineering Science*, 42(12), 2949-2956.
- Bashiri, H., Bertrand, F., & Chaouki, J. (2015). Investigation of turbulent fluid flows in stirred tanks using a non-intrusive particle tracking technique. *Chemical Engineering Science*, under review.
- Blais, B., & Bertrand, F. (2015). Numerical investigation of the suspension mechanisms governing the mixing of large concentrations of particles and viscous liquids in a stirred tank. *in preparation*.
- Blais, B., Lassaigne, M., Goniva, C., Fradette, L., & Bertrand, F. (2015). On the extension of CFD-DEM to viscous suspensions and its application to solid-liquid mixing. *in preparation*.
- Brown, D. A. R., Jones, P. N., Middleton, J. C., Papadopoulos, G., & Arik, E. B. (2004). Experimental Methods. In E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, & S. M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 145-256): John Wiley & Sons, Inc.
- Brucato, A., G., M., & Rizzuti, L. (1997). Determination of the amount of unsuspended solid particles inside stirred tanks by means of pressure measurements. *Rec Progr Genie des Proc*, 11, 3-10.
- Brucato, A., Cipollina, A., Micale, G., Scargiali, F., & Tamburini, A. (2010). Particle suspension in top-covered unbaffled tanks. *Chemical Engineering Science*, 65(10), 3001-3008.
- Bubbico, R., Di Cave, S., & Mazzarotta, B. (1998). Agitation power for solid-liquid suspensions containing large particles. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 76(3), 428-432.
- Bujalski, W., Takenaka, K., Paoleni, S., Jahoda, M., Paglianti, A., Takahashi, K., . . . Etchells, A. W. (1999). Suspension and Liquid Homogenization in High Solids Concentration Stirred Chemical Reactors. *Chemical Engineering Research and Design*, 77(3), 241-247.
- Conti, R., Sicardi, S., & Specchia, V. (1981). Effect of the stirrer clearance on particle suspension in agitated vessels. *The Chemical Engineering Journal*, 22(3), 247-249.
- Delaplace, G., Leuliet, J. C., & Relandeau, V. (2000). Circulation and mixing times for helical ribbon impellers: Review and Experiments. *Experiments in Fluids*, 28(2), 170-182.

- Derksen, J. J. (2012). Highly resolved simulations of solids suspension in a small mixing tank. *AIChE Journal*, 58(10), 3266-3278.
- Dohi, N., Matsuda, Y., Itano, N., Minekawa, K., Takahashi, T., & Kawase, Y. (2001). Suspension of solid particles in multi-impeller three-phase stirred tank reactors. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 79(1), 107-111.
- Giguère, R., Fradette, L., Mignon, D., & Tanguy, P. A. (2008). ERT algorithms for quantitative concentration measurement of multiphase flows. *Chemical Engineering Journal*, 141(1-3), 305-317.
- Grenville, R. K., Mak, A. T. C., & Brown, D. A. R. (2015). Suspension of solid particles in vessels agitated by axial flow impellers. *Chemical Engineering Research and Design*, 100, 282-291.
- Hosseini, S., Patel, D., Ein-Mozaffari, F., & Mehrvar, M. (2010). Study of solid-liquid mixing in agitated tanks through electrical resistance tomography. *Chemical Engineering Science*, 65(4), 1374-1384.
- Ibrahim, S., & Nienow, A. W. (1999). Comparing impeller performance for solid-suspension in the transitional flow regime with Newtonian fluids. *Chemical Engineering Research and Design*, 77(8), 721-727.
- Ibrahim, S., & Nienow, A. W. (2009). The Effect of Viscosity on Particle Suspension in an Aerated Stirred Vessel with Different Impellers and Bases. *Chemical Engineering Communications*, 197(4), 434-454.
- Jafari, R., Chaouki, J., & Tanguy, P. A. (2012). A Comprehensive Review of Just Suspended Speed in Liquid-Solid and Gas-Liquid-Solid Stirred Tank Reactors. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, 10(1), 1-32.
- Jafari, R., Tanguy, P. A., & Chaouki, J. (2012a). Characterization of Minimum Impeller Speed for Suspension of Solids in Liquid at High Solid Concentration, Using Gamma-Ray Densitometry. *International Journal of Chemical Engineering*, 2012, 1-15.
- Jafari, R., Tanguy, P. A., & Chaouki, J. (2012b). Experimental investigation on solid dispersion, power consumption and scale-up in moderate to dense solid-liquid suspensions. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(2), 201-212.
- Kasat, G. R., & Pandit, A. B. (2005). Review on Mixing Characteristics in Solid-Liquid and Solid-Liquid-Gas Reactor Vessels. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 83(4), 618-643.
- Kester, W. (2009). Oversampling Interpolating DACs. *Analog Devices*.
- Kraume, M. (1992). Mixing times in stirred suspensions. *Chemical Engineering & Technology*, 15(5), 313-318.

- Lamberto, D. J., Alvarez, M. M., & Muzzio, F. J. (1999). Experimental and computational investigation of the laminar flow structure in a stirred tank. *Chemical Engineering Science*, 54(7), 919-942.
- Leighton, D., & Acrivos, A. (1986). Viscous resuspension. *Chemical Engineering Science*, 41(6), 1377-1384.
- Mann, R., Wang, M., Dickin, F. J., Dyakowski, T., Holden, P. J., Forrest, A. E., & Edwards, R. B. (1996). Resistance tomography imaging of stirred vessel mixing at plant scale. *Institution of Chemical Engineers Symposium Series*, 140, 155-166.
- Mann, R., Dickin, F. J., Wang, M., Dyakowski, T., Williams, R. A., Edwards, R. B., . . . Holden, P. J. (1997). Application of electrical resistance tomography to interrogate mixing processes at plant scale. *Chemical Engineering Science*, 52(13), 2087-2097.
- Mann, R. (2009). *ERT imaging and linkage to CFD for stirred vessels in the chemical process industry*. Paper presented at the 2009 IEEE International Workshop on Imaging Systems and Techniques, Hong Kong, China.
- Mavros, P. (2001). Flow Visualization in Stirred Vessels. *Chemical Engineering Research and Design*, 79(2), 113-127.
- Micale, G., Carrara, V., Grisafi, F., & Brucato, A. (2000). Solids Suspension in Three-Phase Stirred Tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 78(3), 319-326.
- Micale, G., Grisafi, F., & Brucato, A. (2002). Assessment of Particle Suspension Conditions in Stirred Vessels by Means of Pressure Gauge Technique. *Chemical Engineering Research and Design*, 80(8), 893-902.
- Myers, K. J., Fasano, J. B., & Corpstein, R. R. (1994). The influence of solid properties on the just-suspended agitation requirements of pitched-blade and high-efficiency impellers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 72(4), 745-748.
- Oldshue, J. Y. (1961). Mixing of solid-liquid suspensions. *J Pharm Sci*, 50, 523-530.
- Parker, D. J., Broadbent, C. J., Fowles, P., Hawkesworth, M. R., & McNeil, P. (1993). Positron emission particle tracking - A technique for studying flow within engineering equipment. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 326(3), 592-607.
- Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A., & Kresta, S. M. (2004). Introduction. In E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, & S. M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing : Science and Practice* (pp. xxxiii-lxi).
- Pope, S. B. (2000). *Turbulent Flows*: Cambridge University Press.
- Rewatkar, V. B., Raghava Rao, K. S. M. S., & Joshi, J. B. (1991). Critical impeller speed for solid suspension in mechanically agitated three-phase reactors. 1. Experimental part. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 30(8), 1770-1784.

- Sharma, R. N., & Shaikh, A. A. (2003). Solids suspension in stirred tanks with pitched blade turbines. *Chemical Engineering Science*, 58(10), 2123-2140.
- Southard, J. (2011). Threshold of movement *Special topics: An introduction to fluid motions, sediment transport, and current-generated sedimentary structures*. (pp. 260-284).
- Špidla, M., Sinevič, V., Jahoda, M., & Machoň, V. (2005). Solid particle distribution of moderately concentrated suspensions in a pilot plant stirred vessel. *Chemical Engineering Journal*, 113(1), 73-82.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2009). Particle distribution in an unbaffled stirred vessel by a novel laser image analysis technique. *AIDIC Conference Series*, 9, 319-328.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2011). *Dense Solid-Liquid Suspensions in Top-Covered Unbaffled Stirred Vessels*. Paper presented at the 10th International Conference on Chemical and Process Engineering.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., Brucato, A., & Ciofalo, M. (2011). CFD simulations of dense solid-liquid suspensions in baffled stirred tanks: Prediction of suspension curves. *Chemical Engineering Journal*, 178, 324-341.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2012). Measurements of Njs and Power Requirements in Unbaffled Bioslurry Reactors. *Chem. Eng. Trans.*, 27, 343-348.
- Tamburini, A., Brucato, A., Busciglio, A., Cipollina, A., Grisafi, F., Micale, G., . . . Vella, G. (2014). Solid-liquid suspensions in top-covered unbaffled vessels: Influence of particle size, liquid viscosity, impeller size, and clearance. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 53(23), 9587-9599.
- Thorpe, R. B., & Stevenson, P. (2003). Suspension of Particles from the Bottom of Pipes and Stirred Tanks by Gassed and Ungassed Flows. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 81(3-4), 351-359.
- Wichterle, K., & Wein, O. (1981). Threshold of mixing of non-Newtonian liquids. *Int. Chem. Eng.*, 21, 116-121.
- Wu, J., Zhu, Y. G., & Pullum, L. (2001). The effect of impeller pumping and fluid rheology on solids suspension in a stirred vessel. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 79(2), 177-186.
- Xie, C. G. (1995). Image reconstruction. In R. A. Williams & M. S. Beck (Eds.), *Process Tomography: Principles, Techniques and Applications* (pp. 281-323). Butterworth Heinemann.
- York, T. (2004). Electrical tomography for industrial applications. In D. S. Holder (Ed.), *Electrical Impedance Tomography: Methods, History and Applications* (pp. 295-340).
- Zwietering, T. N. (1958). Suspending of solid particles in liquid by agitators. *Chemical Engineering Science*, 8(3-4), 244-253.

### 4.3 Résultats complémentaires.

#### 4.3.1 Courbe de puissance

La courbe de puissance de la PBT de géométrie standard  $D=T/3$  à une hauteur de  $C=T/4$  a été déterminée pour confirmer la fiabilité des mesures de couple (Figure 4.19). Quatre fluides de viscosités différentes ont été utilisés pour couvrir une gamme de nombres de Reynolds suffisante (0.84, 4, 8.5 et 32 Pa.s). Sur le graphique à l'échelle logarithmique, la pente calculée entre  $Re=1$  et  $Re=10$  est de  $-1.01 \pm 0.25$ , comme attendu pour le régime laminaire. Pour des valeurs proches du régime turbulent, on observe bien une valeur constante de  $N_p$  de  $1.19 \pm 0.35$ . Cette valeur est cohérente avec les valeurs obtenues dans la littérature pour une turbine de type PBT (Herrajani & Tatterson, 2004). Les barres d'erreur représentent l'intervalle de confiance de 95 % de chacune des mesures (moyenne  $\pm$  écart-type\*1.96). Ces résultats ont été utilisés pour valider un modèle numérique employant une nouvelle méthode de conditions limites immergées dans le contexte de la méthode des volumes finis (Blais, Lassaigne, Goniva, Fradette, & Bertrand, 2015b)

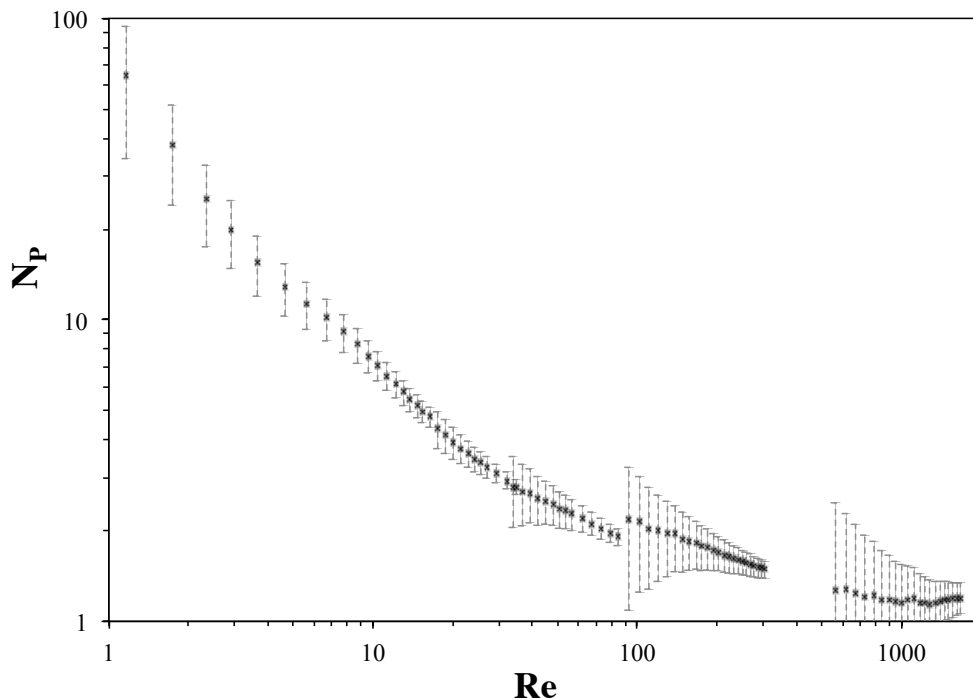


Figure 4.19 : Courbe de puissance pour la PBT de diamètre  $D=T/3$ , à une hauteur de  $C=T/4$ , en présence de contre-pales.

### 4.3.2 Observations supplémentaires

Quelques observations intéressantes complètent les résultats précédents. Premièrement, une comparaison directe des mesures de couple et des mesures de pression montre une concordance entre les différentes données expérimentales. La courbe donnant le couple mesuré en fonction de la vitesse d'agitation montre un changement de pente net et devient linéaire lorsque le plateau de pression est atteint sur la courbe modifiée donnant l'augmentation de pression en fonction de  $N$ , c'est à dire à  $N=N_{js}$  (Figure 4.20).

Par analyse dimensionnelle (Szalai et al., 2004), on montre que :

$$T_m = \frac{P}{2\pi N} = K_p \mu_{ap} N D^3 \quad 4-4$$

Le couple est donc linéairement proportionnel à la vitesse d'agitation si la viscosité apparente et les dimensions de l'agitateur sont constantes (Paul et al., 2004). Conséquemment, avant d'atteindre  $N_{js}$ , l'augmentation de la quantité de solides en suspension fait progressivement augmenter la viscosité, alors qu'après suspension complète, la viscosité apparente est quasi constante et  $T_m=f(N)$  devient linéaire.

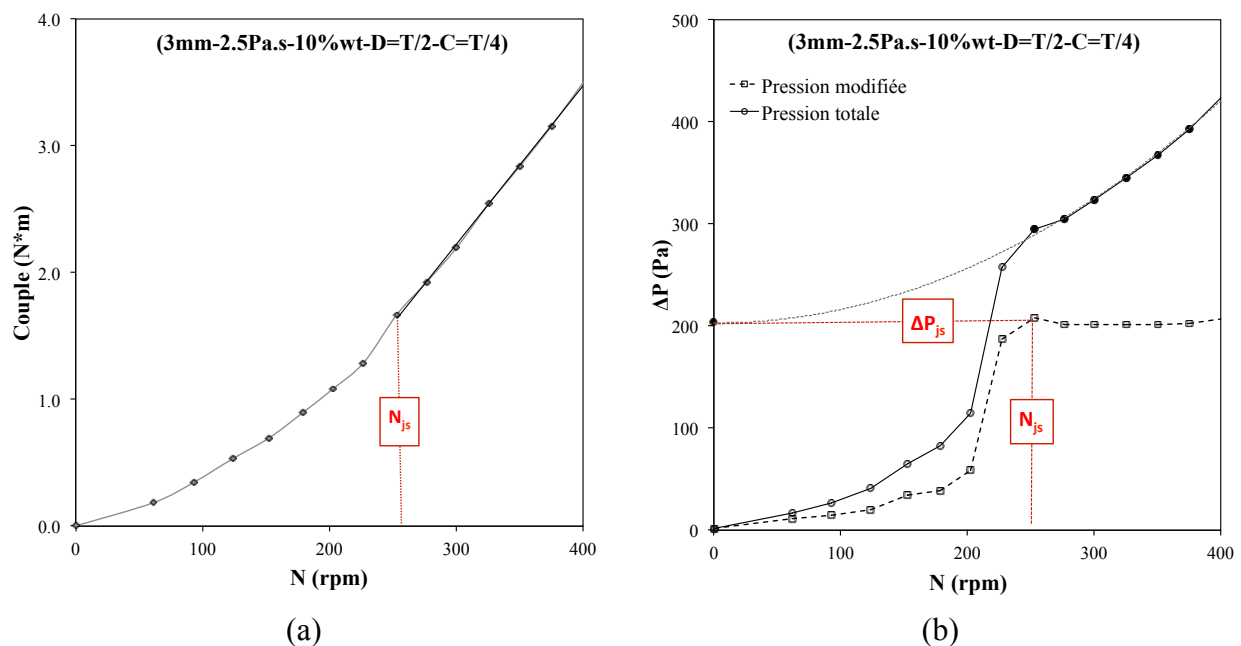


Figure 4.20: Évolution du couple (a) et augmentation de pression (b) en fonction de la vitesse d'agitation

Ainsi, malgré une certaine ambiguïté concernant l'élimination de la pression dynamique pour la technique de pression de jauge (Micale et al., 2002), la concordance des mesures de couple et de pression, la bonne reproductibilité des données présentée dans l'article (section 0), et la confirmation par Tamburini et al. (2011) de la grande précision de cette méthode pour de larges concentrations en solides, permettent de conclure que cette méthode de caractérisation est fiable dans notre cas.

### **4.3.3 Comparaison des temps d'érosion et d'homogénéisation**

Les résultats en section 4.2.4.6 indiquent que  $t_H$  est fortement influencé par  $D$  et  $d_p$ . Cependant, l'importante erreur standard obtenue pour la prédiction du temps d'homogénéisation (Table 4.5 de la section 4.2.4) limite les conclusions sur les facteurs significatifs et leur contribution. Néanmoins, un phénomène observable sur la majorité des expériences permet de porter une conclusion intéressante sur cette quantité.

Lors de la conduite des expériences pour la caractérisation du temps d'homogénéisation, les valeurs de pression et les valeurs de résistivité ont été enregistrées en même temps. Pour une expérience à vitesse constante et lorsque la totalité des particules sont suspendues la pression au fond de la cuve est stable. On a vu dans la section 4.2.4 que la suspension des particules peut être comparée à un phénomène d'érosion de lit de particules. Le temps nécessaire à la stabilisation des signaux de pression correspond alors à un temps d'érosion de lit. La comparaison entre ce temps d'érosion et le temps d'homogénéisation montre, qu'une fois suspendues, les particules sont très facilement distribuées dans la cuve. La Figure 4.21 montre que le temps d'homogénéisation est presque toujours légèrement supérieur au temps d'érosion. On peut alors supposer que l'énergie nécessaire pour atteindre la suspension uniforme est du même ordre de grandeur que celle à fournir pour la suspension complète. Ceci peut s'expliquer par la faible vitesse de sédimentation et l'importance des forces visqueuses correspondant aux propriétés physiques du milieu et au régime d'écoulement.

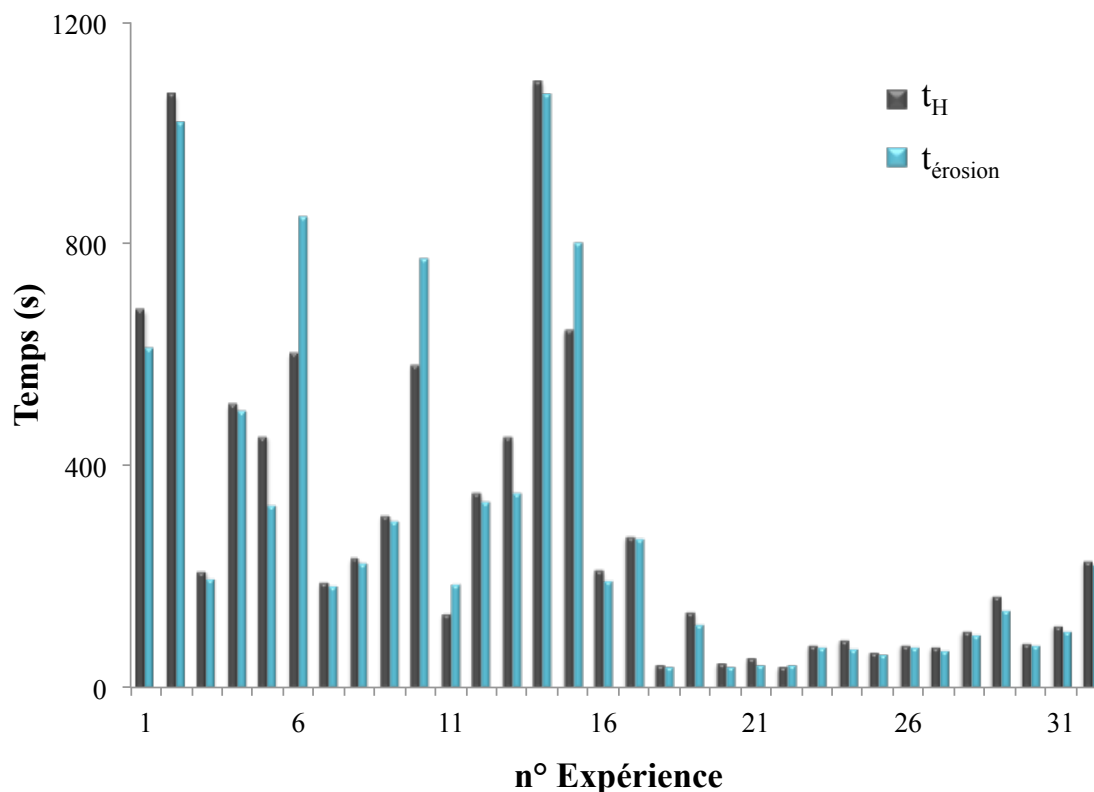


Figure 4.21: Temps d'homogénéisation et temps d'érosion pour chacune des expériences.

On note toutefois que quelques expériences indiquent un  $t_{\text{érosion}}$  supérieur à  $t_H$ , ce qui n'est pas cohérent avec la physique du problème. En effet, le lit doit être érodé, avant que les particules suspendues soient mélangées de manière homogène. Pour chacune de ces expériences, la fraction massique de solides est au moins de 23%, et on explique cette anomalie par la forte sensibilité du capteur de pression par rapport à l'ERT. En effet, les derniers centimètres du lit de particules restant à éroder représentent une quantité importante dans l'augmentation de la densité apparente, alors que leur répartition dans la cuve affectera beaucoup moins la forte résistivité déjà ressentie sur chaque plan. Il semblerait donc qu'on atteigne une saturation de la résistivité après une certaine quantité de solide dans la cuve, et qu'il ne soit alors plus possible de détecter une quelconque évolution de la concentration. Pour le reste des expériences, pour lesquelles  $t_H$  est bien supérieur à  $t_{\text{érosion}}$ , la résistivité atteinte lorsque l'on obtient un mélange homogène n'est pas maximale, et l'homogénéisation consécutive à l'érosion du lit est ressentie par le système ERT.

Malgré cette incohérence mineure, ce phénomène permet de conclure qu'en milieux visqueux et concentrés, l'opération dominante est la mise en suspension. Les forces visqueuses permettent en effet de maintenir les particules en suspension une fois qu'elles ont été suspendues. De plus, le



nombre de Stokes (voir section 4.2.3) calculé pour chacune des expériences est très inférieur à 1, ce qui indique que le couplage entre le fluide et les particules est fort et que l'écoulement produit par l'agitateur peut rapidement aboutir à l'homogénéité de la suspension. Enfin, l'évolution du couple décrite précédemment corrobore cette hypothèse, en montrant que la viscosité apparente est quasi constante, suggérant que l'homogénéité est déjà presque atteinte, dès que la suspension complète est atteinte.

#### 4.3.4 Coopération entre étude expérimentale et étude numérique

Cette étude expérimentale a été réalisée en parallèle du développement d'un modèle numérique (Blais et al., 2015a, 2015b) dans l'objectif d'un apport réciproque entre les deux méthodes. La comparaison entre les valeurs expérimentales et numériques permet ainsi de valider le modèle, alors que les simulations et données résultantes apportent des réponses sur des phénomènes difficiles à caractériser expérimentalement. La validation est une démarche essentielle qui vise à déterminer avec quelle précision le modèle représente fidèlement le phénomène physique réel (Grace & Taghipour, 2004).

Le modèle développé est une combinaison de la méthode des éléments discrets (DEM) pour la simulation des particules, et de la méthode des volumes finis pour la mécanique des fluides numérique (CFD), baptisé CFD-DEM. Ce modèle, originalement utilisé pour l'étude de systèmes gaz-solide, a été étendu à l'étude de suspensions visqueuses. Le comportement du fluide est représenté par des équations de Navier-Stokes moyennées en volume qui sont résolues par une approche volume fini semi-implicite où les équation de pression et de vitesse sont découplées. Il en résulte une méthode de simulation où les éléments du maillage sont plus gros que les particules donnant une description moyennée de l'hydrodynamique. Le mouvement des particules est décrit plus précisément par la DEM qui applique la deuxième loi de Newton sur chacune des particules. Le couplage entre ces deux méthodes est assuré par la 3<sup>ème</sup> loi de Newton, c'est à dire par l'égalisation des forces hydrodynamiques (poussée, trainée, pesanteur, etc) pour lesquelles des expressions explicites sont utilisées dans les équations de la CFD et de la DEM.

La grossièreté du maillage, associée à la description minutieuse des particules, permet de simuler un grand nombre particules tout en restant précis dans la dynamique des solides. Le modèle a été utilisé pour simuler le mélange solide-liquide dans le cas d'une cuve sans contre-pale, agitée par une turbine de diamètre  $T/3$ , installée à une distance  $C=T/4$  du fond, mettant en suspension 10%

massique de particules de 3mm dans un fluide d'une viscosité de 1 Pa.s. Cette fraction massique représente 148 700 particules pour lesquelles un suivi lagrangien complet a été effectué. Pour une description complète du modèle et de ses équations constitutives, le lecteur est référé à l'article de Blais et al. (2015a).

#### 4.3.4.1 Comparaison des données de pression

Pour assurer une bonne comparaison avec les données expérimentales de pression dans le fond de la cuve, la pression numérique a été moyennée sur un anneau défini à l'emplacement du capteur (voir Figure 4.22). Ces pressions ont également été traitées selon la technique de pression de jauge et représentées en fonction de la vitesse d'agitation. Les graphiques de la Figure 4.23 tirés des travaux de Blais et al. (2015a) montrent l'augmentation de la pression (a) et la fraction de solides suspendus (b) obtenues par la méthode expérimentale et par la méthode numérique. Le décalage des pressions à partir de 400rpm est expliqué par la présence du filtre au niveau du capteur de pression qui atténue la pression dynamique ressentie. La forte adéquation entre les données expérimentales et numériques permet la validation du modèle développé.

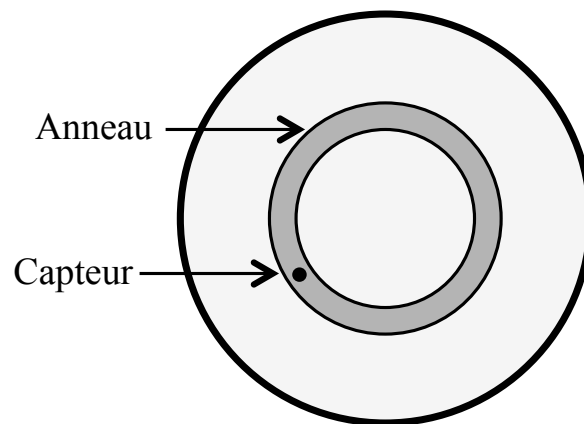
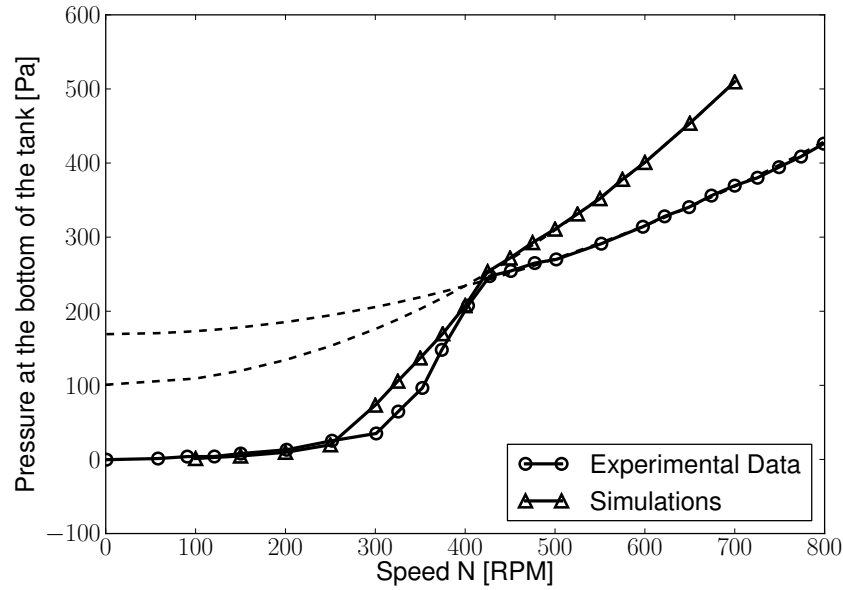
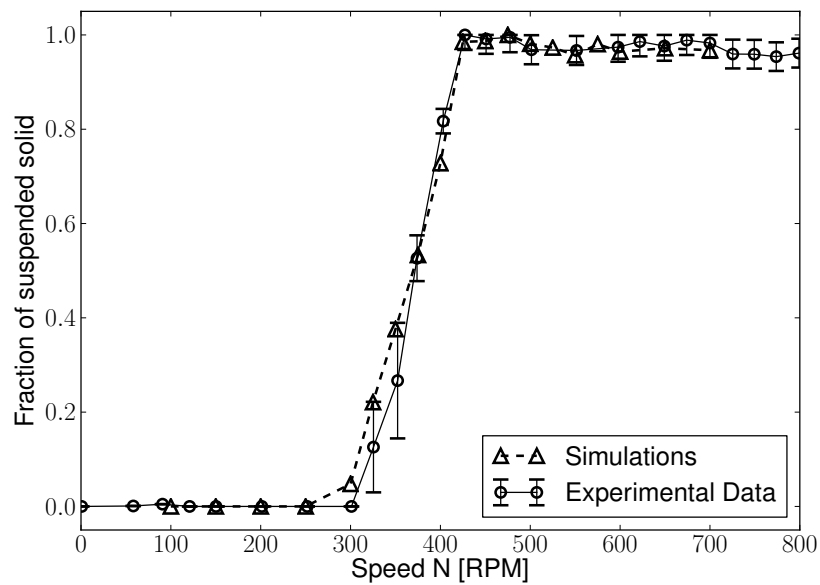


Figure 4.22: Localisation des pressions moyennées pour le modèle numérique



(a)



(b)

Figure 4.23 : Comparaison des données expérimentales et numériques pour (a) l'augmentation de la pression et (b) la fraction de solides suspendus, en fonction de la vitesse d'agitation

#### 4.3.4.2 Comparaison des profils d'écoulement

L'observation visuelle permet de montrer que le profil d'écoulement est bien représenté par le modèle. La Figure 4.24 montre, dans le cas expérimental et dans le cas numérique, la formation d'un « cône » à 200rpm (Figure 4.24.a), puis l'apparition d'un « parapluie » de particules (Figure 4.24.b), confirmant ainsi la validité phénoménologique du modèle.

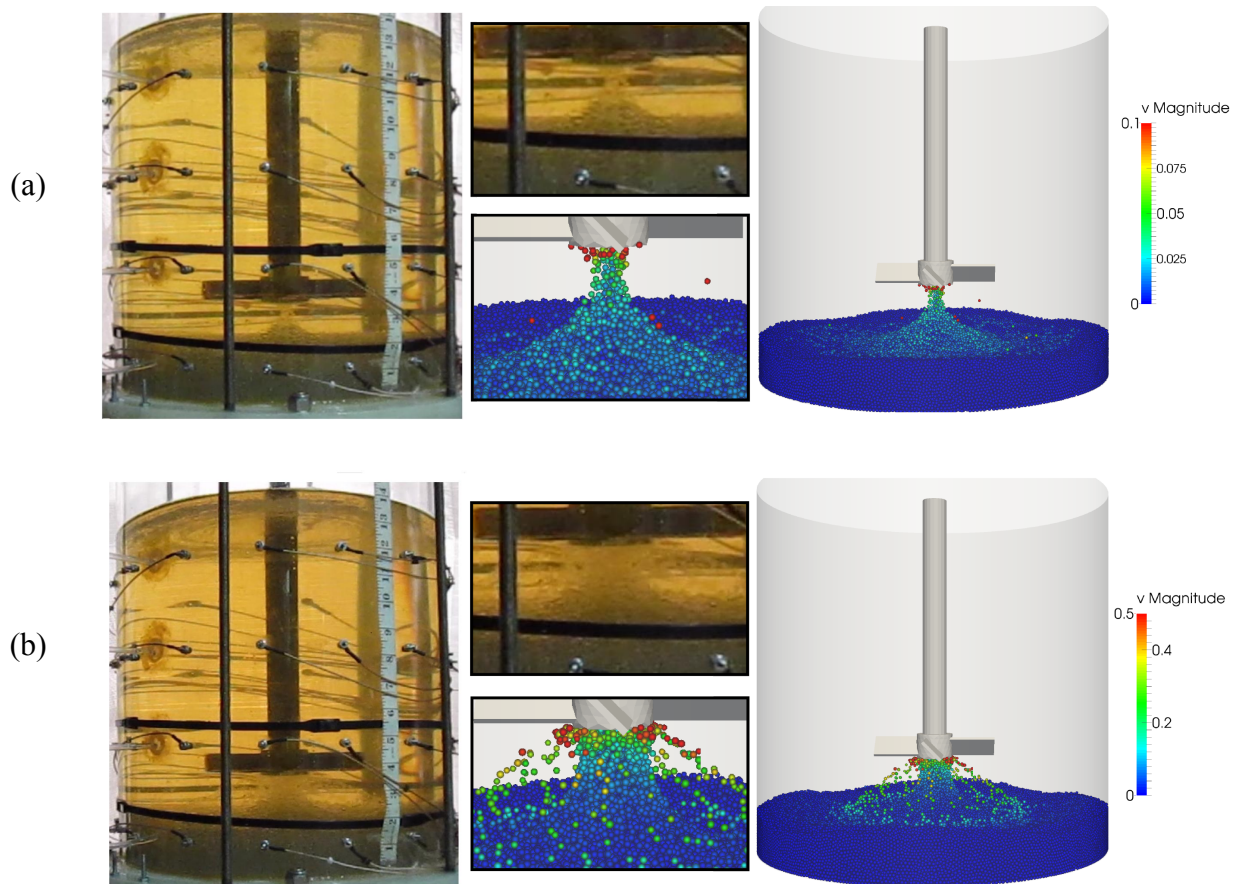
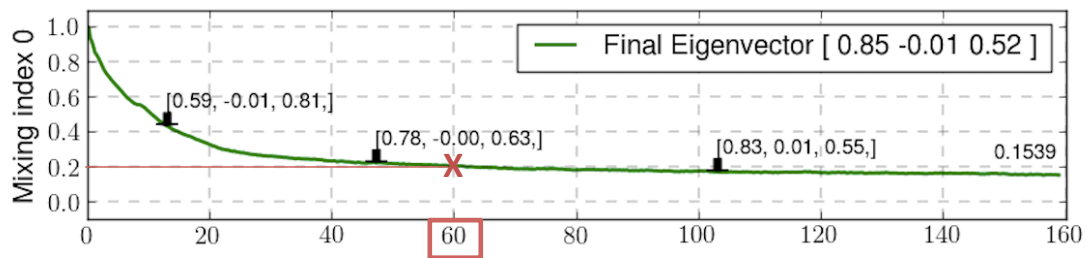


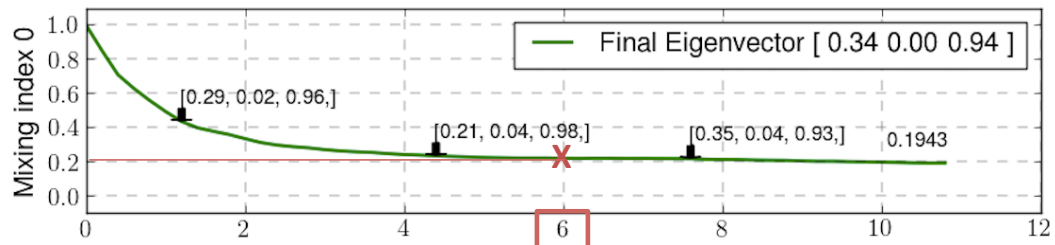
Figure 4.24: Comparaison visuelle des profils d'écoulement à 200rpm : (a) formation du « cône », et (b) apparition du « parapluie » de particules (Blais et al., 2015a)

#### 4.3.4.3 Confirmation des observations expérimentales

Dans la section 4.2.4, il a été montré que le temps d'érosion, c'est à dire le temps nécessaire à mettre en suspension les particules, représentait la majorité du temps d'homogénéisation. Une simulation a permis de confirmer ce phénomène en montrant que l'homogénéisation de particules sédimentées mettait 10 fois plus de temps que lorsqu'elles sont déjà suspendues à une hauteur de 20cm, c'est à dire  $0.56 \cdot T$ . Ainsi, on voit sur la Figure 4.25 que pour un indice de mélange  $M_0$ , dont la définition est basée sur l'analyse des composantes principales et disponible dans les travaux de Doucet, Bertrand & Chaouki (2008), il faut 60s pour atteindre un niveau d'homogénéité choisi ( $M_0=0.2$ ) lorsque le lit de particules est sédimenté, alors qu'il faut seulement 6 secondes lorsque les particules sont déjà suspendues à 20cm.



(a) Particules sédimentées



(b) Particules suspendues à 20cm

Figure 4.25: Comparaison des temps de mélange pour des (a) particules sédimentées ou (b) particules suspendues à 20cm

## CHAPITRE 5 DISCUSSION GÉNÉRALE

L'état de l'art sur le mélange solide-liquide en régime laminaire et transitoire et pour des suspensions concentrées montre de fortes limitations quant à la caractérisation et la compréhension de ce système de mélange. Pour les industries les plus concernées par ces suspensions visqueuses et concentrées, une mauvaise qualité de mélange est responsable d'importants coûts d'opération dus notamment à de faibles rendements, une surconsommation d'énergie ou encore l'encrassement des unités de production. La revue de littérature rapportée dans ce mémoire montre que la grande majorité des recherches effectuées jusqu'alors concernent le régime d'opération turbulent et les suspensions peu concentrées en solides. Les nombreuses recherches effectuées sur le sujet ont permis d'agrandir la compréhension des mécanismes de suspensions en régime turbulent et ainsi d'améliorer la conception des cuves de mélange industrielles. Cependant, les mécanismes de suspensions dépendent largement du régime d'opération considéré. L'arrangement géométrique du mélangeur et les conditions d'opération doivent donc être adaptés à l'hydrodynamique du milieu et à la rhéologie de la suspension. Pour cela, il est nécessaire d'étudier plus en détail les systèmes de mélange en milieu visqueux et concentré, notamment par l'utilisation de techniques de caractérisation expérimentales.

La caractérisation expérimentale étant la première approche dans la compréhension des phénomènes physiques associés aux procédés industriels, le présent travail propose une étude expérimentale globale du mélange solide-liquide en milieu visqueux et pour d'importantes concentrations en solides. Parmi les différentes techniques développées pour l'étude du mélange solide-liquide, la technique de pression de jauge et la tomographie par résistance électrique ont été choisies pour répondre aux contraintes inhérentes à des suspensions concentrées, notamment à l'opacité engendrée par la présence d'un grand nombre de particules. En milieu visqueux, la technique de pression de jauge présente une forte stabilité des signaux et une bonne reproductibilité des mesures. Cette méthode, jusqu'à présent utilisée en régime turbulent, peut donc être employée dans le cas d'un régime laminaire ou transitoire.

On a vu que le mécanisme de suspension est différent selon le régime dans lequel le mélange est opéré. Les tourbillons turbulents sont absents en régimes laminaire et transitoire, et ne peuvent donc pas être responsables de la suspension des particules. D'après l'effet des paramètres étudiés dans ce projet sur  $N_{js}$ , la suspension en milieu visqueux est comparable à l'érosion d'un lit de

particules. En 2003 déjà, une étude (Thorpe & Stevenson) avait associé la suspension en cuve mécaniquement agitée à la suspension en conduite, en comparant les contraintes de cisaillement, ainsi que les corrélations de Zwietering (1958) pour les cuves agitées, et de Turian (1980) pour le transport hydraulique. La conclusion présentée aujourd'hui repose sur la comparaison entre les effets du diamètre des particules et de la viscosité obtenus dans notre cas et ceux décrits par Leighton & Acrivos (1986) dans leur étude de la resuspension visqueuse de particules sédimentées entre deux plaques parallèles. Dans le présent travail,  $N_{js}$  diminue lorsque le diamètre des particules et la viscosité augmentent. Dans le cas de la resuspension visqueuse, il a été démontré qu'une contrainte de cisaillement minimal  $\tau_{cr}$  était nécessaire pour que les particules commencent à se mettre en mouvement, et que cette contrainte diminuait lorsque le diamètre des particules augmentait. De plus, la hauteur du lit de particules, qui est directement proportionnelle à la quantité de particules suspendues, augmente avec la viscosité du fluide en mouvement à  $N$  fixée. Les effets de  $d_p$  et de  $\mu$  sont donc semblables dans l'étude de Leighton & Acrivos (1986) et dans les résultats de l'article présenté en section 4.2. En outre, la fraction massique de solide montre un effet complexe sur  $N_{js}$ , elle semble notamment dépendre de la taille des particules. Le rapprochement entre la mise en suspension de solides en cuve agitée et l'érosion du lit de particules explique ces comportements, justifient les limitations observées pour la corrélation de Zwietering dans notre cas (pour laquelle la surestimation de  $N_{js}$  est parfois supérieure à 100%), et invite à proposer de nouvelles expressions pour une corrélation applicable dans le cas de suspensions concentrées en milieu visqueux.

Il est ici intéressant de discuter de l'accord entre les différentes données collectées. Ainsi l'augmentation de la pression et l'évolution du couple en fonction de la vitesse d'agitation présentent toutes deux un changement de pente lorsque  $N_{js}$  est atteinte. Dans le cas de la pression la courbe devient quadratique car la seule contribution restante est la pression dynamique, alors que dans le cas du couple, l'évolution devient linéaire car la viscosité apparente est quasi constante une fois que les particules sont suspendues. Ces deux méthodes concordent donc, et s'appuient mutuellement. De plus, l'évolution du couple confirme également l'hypothèse selon laquelle l'homogénéisation de la suspension est en majeure partie contrôlée par la mise en suspension des particules, c'est à dire l'érosion du lit de particules. En effet, le couple évolue linéairement avec  $N$  car la viscosité apparente semble constante. Ainsi, une fois suspendues, les

particules semblent déjà réparties de façon homogène, et l'uniformité de la distribution dans la cuve est déjà presque atteinte.

La coopération entre les approches expérimentale et numérique représente un atout certain qui permet de valider le modèle CFD-DEM décrit précédemment, mais aussi de compléter les résultats de l'étude expérimentale par l'obtention de données numériques non mesurables expérimentalement, comme présenté en section 4.3.4. En effet, les méthodes PGT et ERT permettent d'obtenir des données globales sur la mise en suspension et l'homogénéisation des particules dans la cuve, mais la visualisation locale de l'écoulement est fortement limitée, voire impossible. Une fois le modèle validé qualitativement et quantitativement, au-delà de la détermination des vitesses de suspension ou des temps de mélange, il permet de prédire les différents profils de vitesse, de concentration, et de pression, ainsi que d'identifier les zones d'accumulation de particules.



## CHAPITRE 6 CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS

Une étude expérimentale du mélange solide-liquide en milieu visqueux et pour des concentrations en solide élevées a été réalisée. Parmi les éléments les plus influents sur la qualité de la suspension, 5 facteurs ont été étudiés à travers la conduite d'un plan d'expérience optimal. Les effets du diamètre des particules  $d_p$ , de la viscosité du fluide  $\mu$ , de la concentration de solides  $X_w$ , du diamètre de l'agitateur  $D$ , et du dégagement au fond  $C$ , ainsi que leurs interactions mutuelles, sur la vitesse minimale de suspension complète et la vitesse d'homogénéisation ont été évalués. Pour caractériser ces quantités, deux techniques expérimentales généralement appliquées au régime turbulent ont été mise en œuvre et adaptées à l'étude de suspensions concentrées en régimes laminaire et transitoire. La technique de pression de jauge et la tomographie par résistance électrique permettent toutes deux d'obtenir des données dans le cas de systèmes opaques et sans perturber l'écoulement.

Le diamètre de l'agitateur a un effet considérable sur l'hydrodynamique. Cet effet est semblable à celui observé en régime turbulent puisque  $N_{js}$  et  $N_H$  diminuent fortement pour des agitateurs plus larges. Contrairement au cas turbulent, il a été montré que  $N_{js}$  diminuait lorsque  $d_p$  et  $\mu$  augmentaient. Pour justifier ces résultats il a été proposé d'analyser le mécanisme de suspension sous la forme d'un phénomène d'érosion du lit, pour lequel la contrainte visqueuse est principalement responsable de la suspension des particules. L'érosion du lit de particules, caractérisée par le nombre de Shields ( $\theta = \mu\dot{\gamma}/g(\rho_s - \rho_l)d_p$ ), est favorisée lorsque la viscosité augmente. De plus, il existe un Shields seuil avant lequel les particules en surface du lit n'ont aucun mouvement. Ce Shields seuil décroît avec le diamètre des particules. Ces deux phénomènes, rapportés dans les travaux de Leighton & Acrivos (1986), sont en accord avec les effets de  $d_p$  et  $\mu$  trouvés dans le présent travail. De plus, la concentration en solides montre un effet complexe, qui dépend en partie de la taille des particules.  $N_{js}$  augmente avec  $X_w$  lorsqu'on est en présence de petites particules, alors qu'on observe une diminution de  $N_{js}$  en fonction de  $X_w$  avec des particules de large diamètre. Ce résultat peut s'expliquer par plusieurs phénomènes simultanés tels que l'augmentation du dégagement au fond apparent, l'évolution de la viscosité apparente, et la collision des particules suspendues avec la surface du lit de particules restant au fond de la cuve; et sera étudié plus en détail dans une prochaine publication du groupe (Blais & Bertrand, 2015). Ces différences expliquent en grande partie la forte déviation observée entre les

résultats expérimentaux et les prédictions calculées à partir de la corrélation de Zwietering. La comparaison entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par la corrélation montre une erreur relative importante, notamment pour les particules les plus grandes, et pouvant atteindre plus de 250% (avec  $d_p=3\text{mm}$ ,  $D=T/3$ ,  $\mu=4\text{Pa.s}$ ,  $X_w=35\text{wt\%}$  et  $C=T/5$ ). Les résultats de l'étude de la vitesse d'homogénéisation montrent moins de disparités avec le comportement rapporté en régime turbulent :  $N_H$  augmente pour de larges particules et de hautes fractions de solides, et diminue lorsque  $C/T$  augmente. Il a également été observé expérimentalement et numériquement que le temps d'homogénéisation est majoritairement contrôlé par la mise en suspension, c'est à dire l'érosion du lit de particules.

L'hydrodynamique du mélange étant contrôlée par le régime d'opération et les équilibres de forces propres à celui-ci, le mécanisme de suspension est très différent selon le nombre de Reynolds considéré. Cette étude représente un premier aperçu de l'hydrodynamique des suspensions visqueuses et concentrées. La stratégie d'étude et l'application de méthodes expérimentales adaptées ont permis d'apporter un nouveau regard sur le mécanisme de suspension, amenant ainsi des éléments supplémentaires à la littérature. De plus, la caractérisation expérimentale est supportée par les résultats numériques d'un modèle développé au sein du groupe. La validité de la technique de pression de jauge dans le cas présent atteste que cette technique peut être étendue à des études en régime laminaire et des concentrations très élevées de particules, agrandissant ainsi les possibilités de caractérisation des ces systèmes notoirement difficiles à étudier. On précise que des capteurs de pression identiques à celui du fond ont été installés sur les côtés de la cuve pour observer l'évolution de la pression à différentes hauteurs et comprendre la répartition verticale des particules. Cependant, le long de l'axe de rotation, la variation du profil d'écoulement en fonction de la vitesse d'agitation est très forte et prohibe fortement l'utilisation de la technique de pression de jauge.

On souligne ici l'existence de limitations à cette étude, dues notamment à la gamme de viscosité étudiée qui est trop réduite pour obtenir un effet significatif de  $\mu$ . Il serait donc intéressant de pouvoir travailler sur une plus large gamme de viscosités qui engloberait les régimes laminaire et turbulent. D'autres paramètres tels que la différence de densités entre les phases liquide et solide, la distribution des tailles de particules ou la sphéricité des particules sont encore à étudier. De plus, la comparaison avec d'autres agitateurs possédant une plus forte capacité de pompage en milieu visqueux permettrait d'optimiser la géométrie du système de mélange. Comme souligné

dans l'article une étude supplémentaire est nécessaire pour comprendre l'effet de la fraction de solides sur la suspension des particules en régime laminaire et transitoire. Cette étude sera l'objet d'un article à venir dans le groupe. Malgré son importance essentielle pour l'industrie chimique, la question de mise à l'échelle n'a pas été abordée dans ce projet. Enfin, bien que l'obtention d'un modèle numérique quantitatif et validé permette de pallier à la faible performance des corrélations existantes, le développement d'une nouvelle équation de prédiction, davantage représentative de l'hydrodynamique et des mécanismes en milieu visqueux, serait un apport considérable à l'état de l'art actuel.

## CHAPITRE 7 BIBLIOGRAPHIE

- Alizadeh, E., Bertrand, F., & Chaouki, J. (2014). Comparison of DEM results and Lagrangian experimental data for the flow and mixing of granules in a rotating drum. *AIChE Journal*, 60(1), 60-75.
- Alvarez, M. M., Arratia, P. E., & Muzzio, F. J. (2002). Laminar Mixing in Eccentric Stirred Tank Systems. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80, 546-557.
- Alvarez, M. M., Zalc, J. M., Shinbrot, T., Arratia, P. E., & Muzzio, F. J. (2002). Mechanisms of mixing and creation of structure in laminar stirred tanks. *AIChE Journal*, 48(10), 2135-2148.
- Alvarez, M. M., Guzmána, A., & Elíasb, M. (2005). Experimental visualization of mixing pathologies in laminar stirred tank bioreactors. *Chemical Engineering Science*, 60(8-9), 2449-2457.
- Armenante, P. M., & Nagamine, E. U. (1998). Effect of low off-bottom impeller clearance on the minimum agitation speed for complete suspension of solids in stirred tanks. *Chemical Engineering Science*, 53(9), 1757-1775.
- Armenante, P. M., Nagamine, E. U., & Susanto, J. (1998). Determination of correlations to predict the minimum agitation speed for complete solid suspension in agitated vessels. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 76(3), 413-419.
- Atiemo-Obeng, V. A., Penney, W. R., & Armenante, P. M. (2004). Solid-Liquid Mixing *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 543-584): E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, S. M. Kresta.
- Ayranci, I., & Kresta, S. M. (2011). Design rules for suspending concentrated mixtures of solids in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 89(10), 1961-1971.
- Ayranci, I. (2012). *Suspension of Mixtures of Solids in Stirred Tanks: Problem Definition and Model Identification*, PhD Thesis. University of Alberta, Edmonton, Alberta.
- Ayranci, I., Machado, M. B., Madej, A. M., Derksen, J. J., Nobes, D. S., & Kresta, S. M. (2012). Effect of geometry on the mechanisms for off-bottom solids suspension in a stirred tank. *Chemical Engineering Science*, 79, 163-176.
- Ayranci, I., & Kresta, S. M. (2013). Critical analysis of Zwietering correlation for solids suspension in stirred tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 92, 413-422.
- Ayranci, I., Ng, T., Etchells, A. W., & Kresta, S. M. (2013). Prediction of just suspended speed for mixed slurries at high solids loadings. *Chemical Engineering Research and Design*, 91(2), 227-233.
- Aziz, A. R., Ibrahim, S., & Parthasarathy, R. (1999). *Determination of just-suspension speed for Rushton Turbine using tank bottom pressure measurements*. Paper presented at the Symposium; 6th, Fluid mixing.
- Bakker, A., Fasano, J. B., & Myers, K. J. (1994). Effects of flow pattern on solid distribution in a stirred tank. *ICHEME Symp Series*, 136, 1-8.

- Bakker, A., Myers, K. J., Ward, R. W., & Lee, C. K. (1996). The laminar and turbulent flow pattern of a pitched blade turbine. *Chemical engineering research & design*, 74(A4), 485-491.
- Baldi, G., Conti, R., & Alaria, E. (1978). Complete suspension of particles in mechanically agitated vessels. *Chemical Engineering Science*, 33(1), 21-25.
- Barnes, H. A. (1999). Shear-Thickening (“Dilatancy”) in Suspensions of Nonaggregating Solid Particles Dispersed in Newtonian Liquids. *Journal of Rheology*, 33(2), 329.
- Barresi, A., & Baldi, G. (1987). Solid dispersion in an agitated vessel. *Chemical Engineering Science*, 42(12), 2949-2956.
- Bashiri, H., Bertrand, F., & Chaouki, J. (2015). Investigation of turbulent fluid flows in stirred tanks using a non-intrusive particle tracking technique. *Chemical Engineering Science*, under review.
- Bittorf, K. J., & Kresta, S. M. (2003). Prediction of Cloud Height for Solid Suspensions in Stirred Tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 81(5), 568-577.
- Blais, B., & Bertrand, F. (2015). Numerical investigation of the suspension mechanisms governing the mixing of large concentrations of particles and viscous liquids in a stirred tank. *in preparation*.
- Blais, B., Lassaigne, M., Goniva, C., Fradette, L., & Bertrand, F. (2015a). On the extension of CFD-DEM to viscous suspensions and its application to solid-liquid mixing. *in preparation*.
- Blais, B., Lassaigne, M., Goniva, C., Fradette, L., & Bertrand, F. (2015b). A Semi-Implicit Immersed Boundary Method and its Application to Viscous Mixing. *Journal Computers & Fluids*.
- Bourne, J. R., & Sharma, R. N. (1974). Homogeneous particle suspension in propeller-agitated flat bottomed tanks. *The Chemical Engineering Journal*, 8(3), 243-250.
- Boyer, C., Duquenne, A.-M., & Wild, G. (2002). Measuring techniques in gas–liquid and gas–liquid–solid reactors. *Chemical Engineering Science*, 57(16), 3185-3215.
- Brown, D. A. R., Jones, P. N., Middleton, J. C., Papadopoulos, G., & Arik, E. B. (2004). Experimental Methods. In E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, & S. M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 145-256): John Wiley & Sons, Inc.
- Brucato, A., G., M., & Rizzuti, L. (1997). Determination of the amount of unsuspended solid particles inside stirred tanks by means of pressure measurements. *Rec Progr Genie des Proc*, 11, 3-10.
- Brucato, A., Cipollina, A., Micale, G., Scargiali, F., & Tamburini, A. (2010). Particle suspension in top-covered unbaffled tanks. *Chemical Engineering Science*, 65(10), 3001-3008. Retri
- Bubbico, R., Di Cave, S., & Mazzarotta, B. (1998). Agitation power for solid-liquid suspensions containing large particles. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 76(3), 428-432.

- Bujalski, W., Takenaka, K., Paoleni, S., Jahoda, M., Paglianti, A., Takahashi, K., . . . Etchells, A. W. (1999). Suspension and Liquid Homogenization in High Solids Concentration Stirred Chemical Reactors. *Chemical Engineering Research and Design*, 77(3), 241-247.
- Buurman, C., Resoort, G., & Plaschkes, A. (1986). Scaling-up rules for solids suspension in stirred vessels. *Chemical Engineering Science*, 41(11), 2865-2871.
- Cabaret, F., Bonnot, S., Fradette, L., & Tanguy, P. A. (2007). Mixing Time Analysis Using Colorimetric Methods and Image Processing. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 46(14), 5032-5042.
- Chhabra, R. P., & Richardson, J. F. (2008). Liquid mixing *Non-Newtonian Flow and Applied Rheology* (pp. 376-461).
- Conti, R., Sicardi, S., & Specchia, V. (1981). Effect of the stirrer clearance on particle suspension in agitated vessels. *The Chemical Engineering Journal*, 22(3), 247-249.
- Coussot, P., & Grossiord, J. L. (2001). *Comprendre la rhéologie - De la circulation du sang à la prise de béton*.
- Danckwerts, P. V. (1958). The effect of incomplete mixing on homogeneous reactions. *Chemical Engineering Science*, 8(1-2), 93-102.
- Delaplace, G., & Guérin, R. (2006). Mélange des produits pâteux, Caractéristiques d'un système agité. *Techniques de l'ingénieur, F3 350 - 1*.
- Delaplace, G., Leuliet, J. C., & Relandeau, V. (2000). Circulation and mixing times for helical ribbon impellers: Review and Experiments. *Experiments in Fluids*, 28(2), 170-182.
- Derksen, J. J. (2012). Highly resolved simulations of solids suspension in a small mixing tank. *AIChE Journal*, 58(10), 3266-3278.
- Dickin, F., & Wang, M. (1996). Electrical resistance tomography for process applications. *Measurement Science and Technology*, 7(3), 247-260.
- Dieulot, J. Y., Delaplace, G., Guerin, R., Brienne, J. P., & Leuliet, J. C. (2002). Laminar mixing performances of a stirred tank equipped with helical ribbon agitator subjected to steady and unsteady rotational speed. *Chemical Engineering Research and Design*, 80(4), 335-344.
- Dohi, N., Matsuda, Y., Itano, N., Minekawa, K., Takahashi, T., & Kawase, Y. (2001). Suspension of solid particles in multi-impeller three-phase stirred tank reactors. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 79(1), 107-111.
- Doucet, J., Bertrand, F., & Chaouki, J. (2008). A measure of mixing from Lagrangian tracking and its application to granular and fluid flow systems. *Chemical Engineering Research and Design*, 86(12), 1313-1321.
- Einenkel, W. D., & Mersmann, A. (1977). Erforderliche Drekzaken zum Suspendieren ia Riihrnerben. *Verfahrenstechnik*, 11, 90-94.
- Fajner, D., Magelli, F., Nocentini, M., & Pasquali, G. (1985). Solids concentration profiles in a mechanically stirred and staged column slurry reactor. *Chemical engineering research & design*, 63(4), 235-240.

- Giguère, R., Fradette, L., Mignon, D., & Tanguy, P. A. (2008). ERT algorithms for quantitative concentration measurement of multiphase flows. *Chemical Engineering Journal*, 141(1-3), 305-317.
- Goh Eng Giap, S. (2010). The Hidden Property of Arrhenius-type Relationship: Viscosity as a Function of Temperature. *Journal of Physical Science*, 21(1), 29-39.
- Grace, J. R., & Taghipour, F. (2004). Verification and validation of CFD models and dynamic similarity for fluidized beds. *Powder Technology*, 139(2), 99-110.
- Grenville, R. K., Mak, A. T. C., & Brown, D. A. R. (2010). *An improved correlation to predict "just suspension" speed for solid-liquid mixtures with axial flow impellers in stirred tanks*. Paper presented at the MixingXXII, North American Mixing Forum, Victoria, BC, Canada.
- Grenville, R. K., Mak, A. T. C., & Brown, D. A. R. (2015). Suspension of solid particles in vessels agitated by axial flow impellers. *Chemical Engineering Research and Design*, 100, 282-291.
- Grossmann, J. (1906). *The elements of chemical engineering*. London, UK: Charles Griffin.
- Herrajani, R., & Tatterson, G. B. (2004). Mechanically Stirred Vessels. In E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, & S. M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 345-390).
- Hicks, M. T., Myers, K. J., & Bakker, A. (1997). Cloud Height in Solids Suspension Agitation. *Chemical Engineering Communications*, 160(1), 137-155.
- Hosseini, S., Patel, D., Ein-Mozaffari, F., & Mehrvar, M. (2010). Study of solid-liquid mixing in agitated tanks through electrical resistance tomography. *Chemical Engineering Science*, 65(4), 1374-1384.
- Ibrahim, S., & Nienow, A. W. (1999). Comparing impeller performance for solid-suspension in the transitional flow regime with Newtonian fluids. *Chemical Engineering Research and Design*, 77(8), 721-727.
- Ibrahim, S., & Nienow, A. W. (2009). The Effect of Viscosity on Particle Suspension in an Aerated Stirred Vessel with Different Impellers and Bases. *Chemical Engineering Communications*, 197(4), 434-454.
- Jafari, R., Chaouki, J., & Tanguy, P. A. (2012). A Comprehensive Review of Just Suspended Speed in Liquid-Solid and Gas-Liquid-Solid Stirred Tank Reactors. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*, 10(1), 1-32.
- Jafari, R., Tanguy, P. A., & Chaouki, J. (2012a). Characterization of Minimum Impeller Speed for Suspension of Solids in Liquid at High Solid Concentration, Using Gamma-Ray Densitometry. *International Journal of Chemical Engineering*, 2012, 1-15.
- Jafari, R., Tanguy, P. A., & Chaouki, J. (2012b). Experimental investigation on solid dispersion, power consumption and scale-up in moderate to dense solid-liquid suspensions. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(2), 201-212.
- Jirout, T., J. Moravec, F. Rieger, V. Sinevic, M. Spidla, V. Sobolic, & J. Tihon. (2005). Electrochemical measurement of impeller speed for off-bottom suspension. *Inzynieria Chemiczna i Procesowa*, 26(4), 563-566.

- Kasat, G. R., & Pandit, A. B. (2005). Review on Mixing Characteristics in Solid-Liquid and Solid-Liquid-Gas Reactor Vessels. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 83(4), 618-643.
- Kester, W. (2009). Oversampling Interpolating DACs. *Analog Devices*.
- Kraume, M. (1992). Mixing times in stirred suspensions. *Chemical Engineering & Technology*, 15(5), 313-318.
- Kresta, S. M., & Brodkey, R. S. (2004). Turbulence in Mixing Applications *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 19-87): E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, S. M. Kresta.
- Krieger, I. M., & Dougherty, T. J. (1959). A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Trans. Soc. Rheol.*, III, 137-152.
- Lamberto, D. J., Muzzio, F. J., Swanson, P. D., & Tonkovich, A. L. (1996). Using time-dependent RPM to enhance mixing in stirred vessels. *Chemical Engineering Science*, 51(5), 733-741.
- Lamberto, D. J., Alvarez, M. M., & Muzzio, F. J. (1999). Experimental and computational investigation of the laminar flow structure in a stirred tank. *Chemical Engineering Science*, 54(7), 919-942.
- Leighton, D., & Acrivos, A. (1986). Viscous resuspension. *Chemical Engineering Science*, 41(6), 1377-1384.
- Levenspiel, O. (1999). *Chemical reaction engineering*. New York , USA: Wiley.
- Manas-Zloczower, I. (1996). Analysis of mixing in polymer processing equipment. *Macromolecular Symposia*, 112(1), 77-84.
- Mann, R., Wang, M., Dickin, F. J., Dyakowski, T., Holden, P. J., Forrest, A. E., & Edwards, R. B. (1996). Resistance tomography imaging of stirred vessel mixing at plant scale. *Institution of Chemical Engineers Symposium Series*, 140, 155-166.
- Mann, R., Dickin, F. J., Wang, M., Dyakowski, T., Williams, R. A., Edwards, R. B., . . . Holden, P. J. (1997). Application of electrical resistance tomography to interrogate mixing processes at plant scale. *Chemical Engineering Science*, 52(13), 2087-2097.
- Mann, R. (2009). *ERT imaging and linkage to CFD for stirred vessels in the chemical process industry*. Paper presented at the 2009 IEEE International Workshop on Imaging Systems and Techniques, Hong Kong, China.
- Mavros, P. (2001). Flow Visualization in Stirred Vessels. *Chemical Engineering Research and Design*, 79(2), 113-127.
- Micale, G., Carrara, V., Grisafi, F., & Brucato, A. (2000). Solids Suspension in Three-Phase Stirred Tanks. *Chemical Engineering Research and Design*, 78(3), 319-326.
- Micale, G., Grisafi, F., & Brucato, A. (2002). Assessment of Particle Suspension Conditions in Stirred Vessels by Means of Pressure Gauge Technique. *Chemical Engineering Research and Design*, 80(8), 893-902.
- Montgomery, D. C. (2012). *Design and Analysis of Experiments* (8th ed.).



- Mueller, S., Llewellyn, E. W., & Mader, H. M. (2009). The rheology of suspensions of solid particles. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 466(2116), 1201-1228.
- Musil, L., & Vlk, J. (1978). Suspending solid particles in an agitated conical-bottom tank. *Chemical Engineering Science*, 33(8), 1123-1131.
- Musil, L., Vlk, J., & Jiroudková, H. (1984). Suspending solid particles in an agitated tank with axial-type impellers. *Chemical Engineering Science*, 39(4), 621-628.
- Myers, K. J., Fasano, J. B., & Corpstein, R. R. (1994). The influence of solid properties on the just-suspended agitation requirements of pitched-blade and high-efficiency impellers. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 72(4), 745-748.
- Nienow, A. W. (1968). Suspension of solid particles in turbine agitated baffled vessels. *Chemical Engineering Science*, 23(12), 1453-1459.
- Nienow, A. W., & Miles, D. (1971). Impeller Power Numbers in Closed Vessels. *Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev.*, 10(1), 41-43.
- Oldshue, J. Y. (1961). Mixing of solid-liquid suspensions. *J Pharm Sci*, 50, 523-530.
- Parker, D. J., Broadbent, C. J., Fowles, P., Hawkesworth, M. R., & McNeil, P. (1993). Positron emission particle tracking - A technique for studying flow within engineering equipment. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 326(3), 592-607.
- Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A., & Kresta, S. M. (2004). Introduction. In E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, & S. M. Kresta (Eds.), *Handbook of Industrial Mixing : Science and Practice* (pp. xxxiii-lxi).
- Peker, S. M., & Helvacı, Ş. Ş. (2008). Motion of Particles in Fluids *Solid-Liquid Two Phase Flow* (pp. 245-289).
- Pope, S. B. (2000). *Turbulent Flows*: Cambridge University Press.
- Raghava Rao, K. S. M. S., Rewatkar, V. B., & Joshi, J. B. (1988). Critical impeller speed for solid suspension in mechanically agitated contactors. *AIChE Journal*, 34(8), 1332-1340.
- Ren, C., Jiang, X., Wang, J., Yang, Y., & Zhang, X. (2008). Determination of Critical Speed for Complete Solid Suspension Using Acoustic Emission Method Based on Multiscale Analysis in Stirred Tank. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 47(15), 5323-5327.
- Rewatkar, V. B., Raghava Rao, K. S. M. S., & Joshi, J. B. (1991). Critical impeller speed for solid suspension in mechanically agitated three-phase reactors. 1. Experimental part. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 30(8), 1770-1784.
- Rice, M., Hall, J., Papadakis, G., & Yianneskis, M. (2006). Investigation of laminar flow in a stirred vessel at low Reynolds numbers. *Chemical Engineering Science*, 61(9), 2762-2770.
- Sharma, R. N., & Shaikh, A. A. (2003). Solids suspension in stirred tanks with pitched blade turbines. *Chemical Engineering Science*, 58(10), 2123-2140.
- Southard, J. (2011). Threshold of movement *Special topics: An introduction to fluid motions, sediment transport, and current-generated sedimentary structures*. (pp. 260-284).

- Špidla, M., Sinevič, V., Jahoda, M., & Machoň, V. (2005). Solid particle distribution of moderately concentrated suspensions in a pilot plant stirred vessel. *Chemical Engineering Journal*, 113(1), 73-82.
- Szalai, E. S., Alvarez, M. M., & Muzzio, F. J. (2004). Laminar Mixing: A Dynamical Systems Approach *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 89-142): E. L. Paul, V. A. Atiemo-Obeng, S. M. Kresta.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2009). Particle distribution in an unbaffled stirred vessel by a novel laser image analysis technique. *AIDIC Conference Series*, 9, 319-328.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2011). *Dense Solid-Liquid Suspensions in Top-Covered Unbaffled Stirred Vessels*. Paper presented at the 10th International Conference on Chemical and Process Engineering.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., Brucato, A., & Ciofalo, M. (2011). CFD simulations of dense solid-liquid suspensions in baffled stirred tanks: Prediction of suspension curves. *Chemical Engineering Journal*, 178, 324-341.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., Brucato, A., & Ciofalo, M. (2012). CFD simulations of dense solid-liquid suspensions in baffled stirred tanks: Prediction of the minimum impeller speed for complete suspension. *Chemical Engineering Journal*, 193-194, 234-255.
- Tamburini, A., Cipollina, A., Micale, G., & Brucato, A. (2012). Measurements of Njs and Power Requirements in Unbaffled Bioslurry Reactors. *Chem. Eng. Trans.*, 27, 343-348.
- Tamburini, A., Brucato, A., Busciglio, A., Cipollina, A., Grisafi, F., Micale, G., . . . Vella, G. (2014). Solid-liquid suspensions in top-covered unbaffled vessels: Influence of particle size, liquid viscosity, impeller size, and clearance. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 53(23), 9587-9599.
- Thorpe, R. B., & Stevenson, P. (2003). Suspension of Particles from the Bottom of Pipes and Stirred Tanks by Gassed and Ungassed Flows. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 81(3-4), 351-359.
- Wang, S., Parthasarathy, R., Bong, E. Y., Wu, J., & Slatter, P. (2012). Suspension of ultrahigh concentration solids in an agitated vessel. *AIChE Journal*, 58(4), 1291-1298.
- Wichterle, K., & Wein, O. (1981). Threshold of mixing of non-Newtonian liquids. *Int. Chem. Eng.*, 21, 116-121.
- Wu, J., Zhu, Y. G., & Pullum, L. (2001). The effect of impeller pumping and fluid rheology on solids suspension in a stirred vessel. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 79(2), 177-186.
- Wu, J., Zhu, Y. G., & Pullum, L. (2002). Suspension of high concentration slurry. *CSIRO Thermal and Fluids Engineering*, 48(6), 1349-1352.
- Xie, C. G. (1995). Image reconstruction. In R. A. Williams & M. S. Beck (Eds.), *Process Tomography: Principles, Techniques and Applications* (pp. 281-323). Butterworth Heinemann.

- York, T. (2004). Electrical tomography for industrial applications. In D. S. Holder (Ed.), *Electrical Impedance Tomography: Methods, History and Applications* (pp. 295-340).
- Zhu, Y. G., & Wu, J. (2002). Critical Impeller Speed for Suspending Solids in Aerated Agitation Tanks. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 80(4), 1-6.
- Zlokarnik, M. (2001). *Stirring - Theory and Practice*: Wiley-VCH.
- Zwietering, T. N. (1958). Suspending of solid particles in liquid by agitators. *Chemical Engineering Science*, 8(3-4), 244-253.